

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

Departamento de Odontología Conservadora

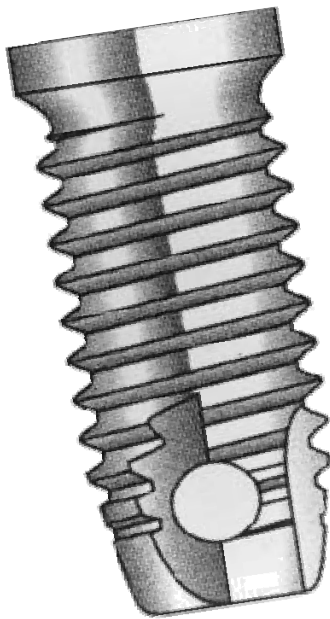
# CARACTERIZACIÓN COMPOSICIONAL Y MICROESTRUCTURAL DEL IMPLANTE DENTAL "MICRODENT"



Alumna: ELENA ESCRIBANO ESCRIVÁ

Tutor: Prof. VICENTE VERA GONZÁLEZ

# CARACTERIZACIÓN COMPOSICIONAL Y MICROESTRUCTURAL DEL IMPLANTE DENTAL "MICRODENT"



ELENA ESCRIBANO ESCRIVÁ  
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID  
MASTER EN CIENCIAS ODONTOLÓGICAS  
TRABAJO DE INVESTIGACIÓN  
SEPTIEMBRE 2011

## AGRADECIMIENTOS

Quisiera expresar mi agradecimiento a todas aquellas personas que han hecho posible este trabajo. En especial al Dr Vicente Vera González, por haber asumido mi tutorización desde el primer momento con un gran cariño y por su inestimable ayuda durante el desarrollo del presente trabajo.

Así mismo, al Profesor D. Julio Ramirez y D. Juan Luis Baldonado por su amabilidad, paciencia y gran ayuda con la realización del análisis para la realización de este estudio.

Y por último, me gustaría agradecer a mi familia y amigos todo el apoyo y cariño que he recibido durante todo este tiempo.

# ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN .....	6
A- TRATAMIENTOS DE SUPERFICIE .....	10
B- TÉCNICAS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X Y MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO.....	14
2. HIPÓTESIS DE TRABAJO Y OBJETIVOS .....	16
3. MATERIAL Y MÉTODO .....	18
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	
A- RESULTADOS	
1- CARACTERIZACIÓN MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X	
○ Barras de Titanio	
▪ Barra A .....	23
▪ Barra B .....	29
○ Implantes <i>Microdent</i>	
▪ Serie M1 Implantes <i>Microdent</i>	
- Muestra M11 .....	34
- Muestra M12 .....	37
▪ Serie M2 Implantes <i>Microdent</i>	
- Muestra M21 .....	41
- Muestra M22 .....	44

## 2- CARACTERIZACIÓN MEDIANTE MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

○ Barras de Titanio	
▪ Barra A .....	47
▪ Barra B .....	49
○ Implantes <i>Microdent</i>	
▪ Serie M1 Implantes <i>Microdent</i>	
- Muestra M11 .....	51
- Muestra M12 .....	55
- Muestra M13 .....	59
▪ Serie M2 Implantes <i>Microdent</i>	
- Muestra M21 .....	63
- Muestra M22 .....	67
- Muestra M23 .....	71

<b>B- DISCUSIÓN .....</b>	<b>75</b>
---------------------------	-----------

<b>5. CONCLUSIONES .....</b>	<b>78</b>
------------------------------	-----------

<b>6. BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>79</b>
-----------------------------	-----------

# 1. INTRODUCCIÓN

La idea de usar materiales preparados o fabricados por el hombre para suplir o reemplazar órganos o tejidos deteriorados del cuerpo humano, se remonta muy atrás en la historia. Se conocen intentos de reemplazar dientes perdidos por marfil o dentina animal en culturas tan antiguas como la egipcia o la inca (1). Sin embargo, sólo en la segunda mitad de este siglo, se han puesto a disposición métodos objetivos para la evaluación de las propiedades de los materiales a usar.

Actualmente, la necesidad de encontrar materiales más fiables para su uso como biomateriales, en especial en relación a las propiedades mecánicas, ha conducido a la utilización, además de otros materiales, de metales y aleaciones con una excelente biocompatibilidad, pasividad química extrema y propiedades adecuadas para un buen comportamiento a largo plazo. (2). Los materiales más destacados por su uso como biomateriales son: los aceros inoxidables, las aleaciones de CoCr y diversas aleaciones de titanio.

Entre los biomateriales, el titanio es el metal más empleado en la fabricación de implantes endóseos, por su alta estabilidad química y la ausencia de reacción tisular de rechazo tanto del hueso como de los tejidos blandos. (3)

En la actualidad, se está produciendo un incremento muy marcado en la demanda de tratamientos de implantes dentales por parte de la población general. Gracias al conocimiento de esta técnica, la implantología se sitúa como uno de los procedimientos de Cirugía Bucal más realizados.

Esta “socialización” de la implantología dental, ha repercutido también sobre la investigación en este campo y la sitúa en el núcleo de la mayoría de los estudios que se realizan en el sector dental; lo que también ha motivado al mundo de la industria con la aparición de un gran número de marcas comerciales de implantes.

La gran diversidad de tipos y marcas de implantes dentales hace que los clínicos presenten interrogantes acerca de sus resultados a la hora de realizar los distintos tipos de tratamientos.

Por ello, cabe esperar que se realicen investigaciones para unificar criterios que permitan mejorar los resultados de los implantes dentales, para obtener éxito clínico y poder satisfacer las expectativas de nuestros pacientes.

En la inserción del implante, éste reacciona con el tejido óseo, pudiendo aparecer dos tipos de respuesta: la primera es la formación de una cápsula de tejido blando fibroso, que da lugar a una inadecuada fijación y acaba resultando en el fracaso del implante. La segunda, que es la que se busca, es una conexión directa entre hueso e implante, lo que

se conoce como osteointegración (4). La osteointegración se define como el contacto directo entre el hueso vivo y la superficie del implante, sin ninguna capa intermedia de tejido blando. (5)

La respuesta de los diferentes tejidos que se encuentran en la interfase hueso- implante determina el éxito a largo plazo de los implantes. El proceso fisiológico que ocurre en esta zona depende fundamentalmente de tres características principales de la superficie del implante: la limpieza, la micromorfología y la capa estable de óxido formada sobre la superficie del implante.

La contaminación de la superficie, ocurre en la mayoría de los casos, durante el tratamiento de superficie, y provoca un efecto biológico desfavorable.

La segunda característica es la capa natural de óxido (5-6 nm) que se forma inmediatamente en la superficie de titanio cuando se expone al oxígeno (6) ya que esta capa es biocompatible y no el metal base.

La tercera característica importante es la micromorfología, que se refiere a las irregularidades en la superficie del implante con un tamaño menor a 100 micrones. La morfología óptima de la superficie es aún desconocida; está aceptado que las superficies rugosas generan una mejor osteointegración respecto a las superficies lisas (7).

Albrektsson et al. (8) definieron en 1981 las condiciones que se deberían dar para conseguir una buena osteointegración en los implantes y éxito en el tratamiento clínico:

1. Biocompatibilidad del material de fabricación del implante dental.
2. Técnica quirúrgica atraumática.
3. Respetar fase de cicatrización. Este criterio ha evolucionado, actualmente se realiza carga inmediata o temprana.
4. Confección de la prótesis dental según los criterios ideales de distribución de carga.
5. Seguimiento y mantenimiento de los implantes.

Cuando se habla de éxito clínico, es de carácter obligado remitirse a los primeros criterios descritos en el ámbito de la implantología por Albrektsson, et al. (9) que hablaron de:

1. Ausencia de movilidad.
2. Ausencia de radiolucidez periimplantaria.
3. Ausencia de periimplantitis.
4. Pérdida ósea vertical de menos de 0,2 mm anuales a partir del primer año de carga.
5. Ausencia de signos o síntomas de carácter irreversible o persistente (dolor, infecciones, neuropatías y/o parestesia del nervio dentario inferior).
6. El criterio mínimo de éxito debe ser del 85% a los 5 años y del 80% a los 10 años.

El titanio es un material muy resistente a la corrosión, debido a que sobre su superficie se forma una capa de óxido muy estable, la cual resiste las temperaturas del cuerpo humano.

La elevada reactividad del Ti con el oxígeno, origina la rápida formación de una capa superficial muy delgada de óxido. (10)

Existe una estructura de doble capa: La interna es la que protege de la corrosión al material, y la externa es la que favorece a la oseointegración (crecimiento del hueso a partir del implante).

El titanio es oxidado en su superficie ante la presencia de aire, agua u otros electrolitos. La capa de óxido protege al metal y es insoluble lo que lo convierte en inerte frente al hueso.

El titanio tiene propiedades físico-mecánicas óptimas para su uso en implantología dental. La fuerza tensional es equivalente a la del acero inoxidable, siendo menos susceptible a la corrosión, y por tanto mayor su biocompatibilidad. La dureza permite soportar cargas elevadas y el módulo elástico es más cercano al del hueso que el de otros metales. Cuanto más parecido sea el módulo elástico del material al del hueso, menor será la probabilidad de movilidad en la interfase oseointimplantaria. La deformación ante las cargas oclusales es también parecida al hueso. (11)

Estudios previos (12) determinaron que las características superficiales de los implantes (rugosidad, composición química) son determinantes para favorecer la formación de un área mayor de contacto hueso- implante acelerando la oseointegración.

Ello, impulsó a los fabricantes de implantes dentales a tratar de optimizar la forma y el acabado superficial para conseguir un menor tiempo de cicatrización y una alta tasa de oseointegración. Así, diseñaron distintos tipos de roscas tratando de conseguir una mejor distribución de cargas y aumentar la estabilidad inicial o anclaje primario para lograr la oseointegración. Paralelamente, mediante diferentes tratamientos, generaron una microestructura superficial que facilitara el crecimiento del hueso en las irregularidades. (13)

Los implantes dentales pueden estar fabricados de titanio en distintos grados o modalidades: a- Titanio grado 2 (titanio en 98.8%), b- Titanio grado 4 (con mayor contenido en oxígeno y hierro), c- Titanio grado 5 (aleación con 6% aluminio y 4% vanadio.) La incorporación de metales al titanio como su tratamiento térmico están encaminados a incrementar su fuerza tensional. Cualquiera de las 3 modalidades dan lugar a osteointegración del implante siempre que la superficie no sea totalmente lisa. (12)

Parece ampliamente aceptado en la comunidad científica, que los implantes con superficie rugosa obtienen una mayor aposición de hueso que aquellos con una superficie pulida o mecanizada (10). La rugosidad o cantidad de número y tamaño de poros que aparecen en la superficie del implante cuando ésta es sometida a distintos tratamientos mecánicos y/o químicos, ha sido uno de los parámetros más estudiados en el campo de los implantes en los últimos años.



Estas rugosidades son de 3 tipos o escalas: macro, micro y nanométrica.

- La escala macrométrica contempla la rosca del tornillo y la macroporosidad, y aporta mayor longevidad en la estabilidad de la prótesis.
- La escala micrométrica viene dada por la distancia pico-pico y pico-valle, y confiere mayor adhesión del hueso mineralizado al implante.
- La escala nanométrica repercute en la adsorción de proteínas, la adhesión osteoblástica y, por consiguiente, en la propia osteointegración. (8)

La formación ósea en la interfase implante-tejido es un proceso complejo, inducido por células de la familia de los osteoblastos y que implica un gran número de funciones celulares: adhesión, migración y proliferación, seguidos de la deposición y cristalización de la matriz ósea. (14)

Es por ello que las características superficiales, geométricas y fisicoquímicas de los implantes de titanio cobran una especial importancia, ya que tras su inserción, comienza inmediatamente una cadena de eventos mediados por las células adheridas a su superficie. De la naturaleza de las mismas así como del correcto desarrollo de sus funciones, dependerá el grado de éxito del implante. No es de extrañar por tanto, que la modificación de la superficie de los implantes se haya revelado como una técnica primordial, tanto en la comunidad científica, como en sus desarrollos industriales.

Tras el mecanizado de la materia prima de titanio o de alguna de sus aleaciones para conformar el implante, las piezas son sometidas a un proceso de limpieza, con el objeto de eliminar los aceites y restos generados en los tornos de mecanizado. Este paso no solo permite dar una determinada forma geométrica al implante sino que también aumenta significativamente la superficie de interacción hueso – implante.

Posteriormente se realizan los tratamientos superficiales para conseguir un acabado reproducible, sin contaminantes ni tensiones superficiales o defectos estructurales. Estos tratamientos introducen cambios en la topografía y composición química, que serán determinantes en la respuesta biológica. Los residuos no deseados dependiendo de los tratamientos empleados, son eliminados mediante diferentes procesos de limpieza. Los tratamientos superficiales clásicos se realizan como paso previo al montaje del implante y su esterilización. (15)

Para lograr la estabilización de un implante in vivo es necesario su osteointegración en el menos tiempo posible. La forma de acelerar este proceso es mediante el diseño de la superficie más adecuada para interactuar con el medio biológico donde se coloca el implante. Los tratamientos de superficie son, por tanto, la herramienta utilizada para modificar la topografía y la composición química superficial de los implantes dentales e intervenir, así, en su respuesta biológica.

La influencia de las rugosidades de la superficie del implante en la osteointegración, ha sido documentada por numerosos autores (12,14-15) pero no se ha logrado consenso con

respecto al más idóneo, si bien se sabe de sus efectos positivos en la adhesión celular. Así, la superficie rugosa se presenta ante las células osteogeneradoras como foco de contacto, anclaje y distribución del citoesqueleto, afectando a la adhesión y morfología celular, así como a su orientación y, posiblemente también, a la adsorción y conformación de biomoléculas.

## **A. TRATAMIENTOS DE LA SUPERFICIE DEL IMPLANTE**

Existen diversos tipos de tratamientos superficiales. Destacaremos los más empleados.

### **1- Tratamientos de decapado.**

Estos tratamientos tienen como objeto la obtención del relieve superficial mediante eliminación o sustitución de las primeras capas atómicas mediante métodos “corrosivos”.

#### **A) Granallado o arenado**

Es en este apartado donde se sitúa nuestra superficie de estudio.

Consiste en un bombardeo de partículas a gran velocidad que provocan deformación plástica. Existen variaciones en la composición y tamaño de estas partículas, aunque lo más frecuente es que sea a través de óxido de Aluminio u óxido de Titanio con partículas de 50-100  $\mu\text{m}$ . Este tratamiento permite eliminar la capa de óxido nativo y contaminación superficial, aporta rugosidad y provoca cambios (deseados o no) en la composición química superficial. Una de las más conocidas es la superficie *Astra Tech*, que emplea  $\text{TiO}_2$  con un diámetro de partícula de 53 $\mu\text{m}$ .

Una de las ventajas principales de esta técnica de sustracción a diferencia de la técnica aditiva es que permite evitar algunas impurezas de carácter metodológico. Además el peligro del desprendimiento de partículas de titanio durante la inserción del implante es aparentemente menor que la técnica aditiva de la pulverización con plasma. (16)

Las superficies granalladas tienen una superficie real de 4.1 veces la superficie original, y consecuentemente, el crecimiento del hueso presenta un incremento importante en la fijación mecánica con el implante. (17)

En ocasiones se combina la técnica de arenado inicialmente y grabado ácido posterior. Gracias a este método combinado se obtiene una superficie rugosa (arenado) y pura (grabado), de características óptimas.

## **B) Granallado con grabado ácido**

La técnica *SLA* (Sandblasted, Large grit and Acid-attacked), es comercializada por la casa *Straumann*. Mediante partículas de óxido de aluminio ( $Al_2O_3$ ) de gran tamaño y un grabado ácido de ácido clorhídrico y sulfúrico, se consigue eliminar aquellos restos de chorreado que hubieran quedado adheridos a la superficie del implante y que pudieran interferir en el posterior proceso de osteointegración. (18)

El tiempo de oseointegración con esta técnica se ve disminuido de 5-6 meses a 3 meses al aplicar la metodología de grabado ácido. (18) En un estudio de Rocuzzo et al. (19) se consiguieron unos buenos resultados en protocolos de carga precoz a las 6 semanas. También evaluaron protocolos de carga precoz e inmediata Zöllner et al. (20), con tasas de supervivencia de un 97%, lo que indica que se trata de una superficie adecuada para este tipo de tratamientos. Ganeles et al. (21) realizó un estudio similar obteniendo resultados parecidos.

Otro estudio de Marinho et al. en 2003 (22), en ratas, concluyó que la superficie *SLA* tenía mayor actividad osteogénica que la mecanizada del grupo control, ya que la parte del tratamiento de superficie correspondiente al grabado creaba una rugosidad más acentuada y ésta, como se ha mencionado anteriormente, aumentaría la adhesión de células osteoblásticas.

## **C) Grabado ácido**

El proceso requiere varios pasos:

1. Ataque inicial, que es agresivo y permite eliminar la capa de óxido nativo y eliminar impurezas.
- 2- Ataque progresivo, que permite aportar a la superficie microrugosidad.

La extensión del grabado depende de la fortaleza del ácido y del tiempo de contacto. Este método suele ser utilizado en conjunto con tratamientos físicos para eliminar residuos de granallado e impartir microporosidad a las superficies macrorugosas, pero por sí solo es capaz de lograr una superficie donde las cavidades se interconectan y permiten una excelente humectabilidad y anclaje del hueso.

Los ácidos más utilizados son  $HF$ ,  $HNO_3$ ,  $H_2SO_4$ ,  $H_3PO_4$  y  $HCl$ .

Fundamentalmente, la situación a día de hoy es la de doble grabado ácido que se realiza, o bien con ácidos clorhídrico y sulfúrico o bien con ácidos fluorhídrico y nítrico. Del primer grupo destaca la superficie *Osseotite* de 3i, con cifras de rugosidad media de  $1\mu$ .

London et al. (23) en 2002 compararon implantes *Osseotite* con los de en su día habituales implantes mecanizados, *TPS* (Titanium to Plasma Spray) y recubiertos con

hidroxiapatita, obteniendo un mayor contacto óseo hacia los primeros en todos los intervalos de tiempo del seguimiento. En un estudio con implantes tratados de manera similar, con ácidos clorhídrico y sulfúrico, Juozbalys y cols concluyeron que los mejores resultados se obtenían cuando se aplicaba en primer lugar  $H_2SO_4$  y posteriormente HCl. (24, 25)

Del segundo grupo, superficies tratadas con ácido fluorhídrico y nítrico (*Avantblast*, *Impladent*), destacamos los estudios de Martínez – González et al. (26) en 2005 con perros Beagle, que determinaron valores de torque de inserción de entre 100 y 140 Ncm según la longitud del implante, a las 12 semanas de su colocación, lo que hace pensar en su posibilidad de utilización para las cargas precoz e inmediata.

Además, el grabado ácido también se asocia para eliminar las impurezas, sobre todo de la alúmina, que se originan en los procedimientos de sandblasted, asociando ambos tratamientos. Pese a todo, la asociación mencionada de grabado ácido y sandblasted obtiene buenos resultados, como describen muchos estudios (27-29). A favor de esta asociación se sitúa también el estudio de Proivinsky et al. (30) y el estudio de Sciephake et al (31), quienes compararon in vitro las posibilidades de las superficies mecanizadas y grabadas en lo referente a la adsorción de proteínas y el favorecimiento del desarrollo de células precursoras osteoblásticas, lo que se supone implicaría una mejor y más rápida osteointegración del implante. El resultado positivo fue para el grupo de grabado ácido con chorreado.

## 2- Tratamientos de recubrimiento

Esta técnica se basa en la deposición de distintas capas y/o matrices que inducen la oseointegración y puede realizarse como un tratamiento complementario a los procesos de decapado. Presenta la desventaja de un débil anclaje al sustrato de titanio, traduciéndose en la disociación implante-hueso.

### **A) Revestimiento con plasma de titanio:**

Esta técnica consiste en la pulverización con plasma de titanio a gran velocidad. Dichas partículas de polvo de titanio (con un tamaño de grano de 50-100 micras) quedan soldadas íntimamente a la superficie del implante dando una superficie irregular y porosa. Las investigaciones demuestran que existe una tolerancia perfecta del hueso a dicha capa de plasma, sin embargo algunos expertos consideran que la interfase entre la capa porosa de plasma y el material base es problemática. Se teme que durante las fuerzas de cizallamiento y tracción provoque una mayor liberación de partículas de titanio e intervengan en la cicatrización de manera negativa. (32)

## **B) Recubrimiento con Hidroxiapatita (HA)**

Este proceso de aposición de HA puede realizarse mediante plasma spray, Sol-gel, Deposición Electroquímica y Láser.

La presencia de HA desarrolla un fuerte conexión a corto plazo entre el implante y el tejido óseo, pero tiene el inconveniente de que al solidificar forma una mezcla de fosfatos de calcio de diferentes fases cristalinas. Se ha demostrado que este recubrimiento se asocia a buenos resultados durante periodos de aproximadamente 5 años. (33) Sin embargo, se han descrito fracasos de estos implantes: fracturas muy rápidas del hueso que rodea al implante, pérdida del revestimiento y la colonización por microorganismos a medio o largo plazo. (34 - 36)

La superficie de los implantes ha ido sufriendo un proceso continuo de cambios, tanto macroscópica como microscópicamente, con el fin de irse acoplando a las nuevas necesidades de la implantología, sobre todo a nivel clínico y, por supuesto también, por los requerimientos de la industria dental.

Debido a esta serie de cambios, nos hemos planteado para nuestra investigación el estudio de la superficie de estas fijaciones tratadas con ÓXIDO DE ALUMINIO.

## **B. TÉCNICAS DE DIFRACCION DE RAYOS X Y MICROSCOPÍA ELECTRONICA DE BARRIDO.**

### **A- CARACTERIZACIÓN MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X**

La difracción de rayos X es un método analítico difractométrico. Se fundamenta en la reflexión o dispersión de la radiación X que sufren los átomos de una sustancia cuando dicha radiación pasa a través de la misma. Al irradiar una muestra con un haz de rayos X monocromático colimado, las partículas que estén orientadas adecuadamente difractaran los rayos X. Esta radiación difractada es recogida por un detector, apareciendo un espectro de picos de difracción, debidos a los espacios interplanares de la red cristalina, según va variándose el ángulo de incidencia del haz con la muestra.

Los espectros de difracción de rayos X están bien definidos y son específicos para cada fase cristalina, proporcionando información sobre la estructura atómica o molecular. Este sistema analítico permite conocer las propiedades de los elementos y caracterizar la estructura de materiales cristalinos y amorfos. El estudio de la posición e intensidad de los picos de difracción se emplea para determinar el análisis cualitativo y cuantitativo de muestras cristalinas.

La información que proporciona esta técnica, si bien es imprescindible para un exhaustivo estudio de los componentes, no permite llegar a conocer la naturaleza de los compuestos minoritarios, ya que este sistema no detecta aquellos cuya proporción dentro del conjunto sea inferior al 3 %.

### **B- CARACTERIZACIÓN MEDIANTE MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)**

La microscopía electrónica supone una interesante aportación en la caracterización de estos materiales, ya que permite realizar una completa identificación de todos sus componentes, tanto mayoritarios como aquellos que se encuentren en cantidades minoritarias.

Esta técnica utiliza como fuente de iluminación un haz de electrones producido por un filamento o cátodo, y que son acelerados con una alta tensión. Este haz de electrones pasa a través de lentes electromagnéticas y golpea a la muestra. El bombardeo de electrones provoca la interacción haz-muestra y por lo tanto la aparición de diferentes señales que, con detectores adecuados, permiten obtener información o análisis morfológico de la muestra. Una de las posibilidades que tiene esta técnica es el estudio elemental cualitativo de todos los componentes presentes en la partícula que se

observan, mediante espectroscopia de dispersión de energías de rayos X; este análisis es totalmente puntual, lo que supone una gran ventaja con respecto a otros sistemas analíticos.

## 2. HIPÓTESIS DE TRABAJO Y OBJETIVOS

El proceso de elaboración – mecanización de los implantes dentales, en la fase de tratamiento superficial, puede dar lugar a alteraciones en la composición y en la microestructura; que se traduce en la presencia de contaminantes y alteraciones de las propiedades físico - mecánicas intrínsecas, que clínicamente comprometerá la cicatrización y el grado de oseointegración entre hueso e implante llevando al fracaso del tratamiento implantológico.

En la técnica de tratamiento de superficie de granallado, las partículas de óxido de aluminio pueden quedar incrustadas en la superficie de forma permanente incluso tras la limpieza con ultrasonidos. El desprendimiento de dichas partículas tras la implantación, podría interferir en la mineralización del hueso y convertirse en contaminantes, inhibiendo la oseointegración de estas zonas del implante.

Nuestra **Hipótesis de trabajo** es que en el proceso de mecanizado – elaboración de las fijaciones dentales, el titanio superficial podría sufrir contaminaciones y alteraciones microestructurales irreparables.

Para estudiar todos aquellos defectos que se produzcan durante el proceso de elaboración- mecanizado, vamos a caracterizar la superficie del implante. “Caracterizar” un implante consiste en identificar cual es su estructura y de que materiales está compuesto. Existen diversas técnicas de caracterización. Cada una de ellas aporta una información diferente y complementaria. En este primer estadio del estudio nos centraremos en la técnica de Difracción de Rayos X y Microscopía Electrónica de Barrido.

**El objetivo** de nuestro trabajo es realizar un estudio sistemático de la naturaleza superficial de los implantes dentales *Microdent* mediante Difracción de Rayos X y Microscopía Electrónica de Barrido.

Se realizará:

- 1- Estudio composicional de la superficie de barras de titanio e implantes dentales, mediante Difracción de rayos X. (XRD).
- 2- Estudio estructural y microestructural de la superficie (características superficiales y morfológicas) de barras de titanio e implantes dentales mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y Espectometría por Dispersión de Energía de Rayos X (EDS).



Esta línea de investigación desde el punto de vista químico, podría responder en la actualidad a determinados interrogantes de tipo clínico de estos materiales.

### 3. MATERIAL Y MÉTODO

Esta investigación está financiada por un Proyecto de Investigación, artículo 83 LOU titulada “Caracterización composicional de Implantes dentales *Microdent Implant.*” Investigador Principal: Dr. Vicente Vera.

En la investigación, colabora el Departamento de Química Inorgánica de la UCM. Profesor Julio Ramírez.

A) Materiales. Para realizar este estudio hemos empleado:

#### 1- **Revisión bibliográfica.**

Para ejecutar la revisión sobre el tema, se realizó una búsqueda mediante PubMed y Compludoc.

Los artículos seleccionados se obtuvieron en la Hemeroteca de la Facultad de Odontología y en la Hemeroteca de la Facultad de Químicas de la UCM.

#### 2- **Material a estudiar:** Titanio grado IV.

A- Barras de titanio: no mecanizado.

- a. Barra A: Titanio grado IV. Diámetro: 5 mm – Muestra T5
- b. Barra B: Titanio grado IV. Diámetro: 6 mm – Muestra T6

B- Implantes dentales “Microdent.”: Titanio grado IV mecanizado.

Utilizamos dos series:

- a. Serie M1; origen de la barra M504214 CP
  - i. M11: Implante mecanizado y limpio
  - ii. M12: Implante chorreados con óxido de Aluminio
  - iii. M13: Implante esterilizado
- b. Serie M2; origen de la barra M3814 CP
  - i. M21: Implante mecanizado y limpio
  - ii. M22: Implante chorreado con óxido de Aluminio
  - iii. M23: Implante esterilizado

C- Otros materiales:

- Para el estudio de **Caracterización Estructural y Composicional** de la superficie de nuestras muestras utilizamos el Difractómetro de rayos X. Philips y Bruker. del Centro de Ayuda a la Investigación (CAI) de la UCM.



Difractómetro de rayos X, marca PHILIPS, modelo X'PERT, con una tensión de 45 kV y una intensidad de 40 mA.

- Para el estudio **Morfológico y Composicional** utilizamos el Microscopio Electrónico de Barrido, marca JEOL, modelo JSM 6400. del centro de Microscopía Luis Bru de la UCM.



Microscopio Electrónico de Barrido JEOL, modelo JSM 6400

- Para el **Análisis Químico Elemental** utilizamos el Espectómetro de Dispersión de Energía de rayos X, Oxford, modelo INCA. Herramienta incorporada al Microscopio Electrónico de Barrido del centro de Microscopía electrónica de Luis Bru.

## B) MÉTODO

La metodología será realizar la caracterización por Difracción de rayos X, estudio microestructural y composicional por Microscopía Electrónica de Barrido y Espectometría por Dispersión de Energía (EDS) del proceso secuencial de elaboración – mecanizado de los implantes. Así, realizaremos un estudio de las barras origen del titanio; primer mecanizado del implante (mecanizado y limpio); implante chorreado con óxido de aluminio; y finalmente el implante esterilizado.

Las muestras de titanio en Barra A y B fueron cortadas mediante disco de diamante de la cortadora del centro de Microscopía de la UCM. De esta manera obtuvimos una probeta-estudio para poder analizarla en el Difractómetro y Microscopio Electrónico de Barrido.

Los implantes dentales fueron introducidos en unos porta-muestras y así poder procesarlos en el Difractómetro y Microscopio Electrónico de Barrido para realizar el estudio y análisis correspondiente.

**Las variables que vamos a estudiar son las siguientes:**

- 1- Cristalinidad: de las fases: Se estudia a partir del perfil de los diagramas de difracción de rayos X y de la relación altura/anchura de los máximos de difracción.
- 2- Daño estructural: Se estudia a partir del perfil de los diagramas de difracción de rayos X. Así mismo, es posible la observación directa de las superficies tratadas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.
- 3- Impurezas (fases secundarias): Se estudia a partir de la indexación (o asignación) de los máximos de difracción de los diagramas de rayos X. Así mismo, es posible la observación directa de las superficies tratadas mediante Microscopía Electrónica de

Para el estudio morfológico y microanalítico por dispersión de energías de rayos X (EDS) y Microscopía de Barrido de los implantes, no se necesita preparación previa especial.

#### **- Caracterización química:**

Esta técnica permite la detección de los elementos químicos y da información del estado de combinación química de los elementos presentes en las superficies analizadas. Se realiza mediante la Difracción de rayos X.

##### Difracción de rayos X:

Se lleva a cabo en el Difractómetro de rayos X Philips y Bruker que utiliza nuestro equipo en el Centro de Ayuda a la Investigación (CAI) de difracción de rayos X de la UCM. Asimismo, se estudiarán las posibles transiciones de fase con las cámaras de alta y baja temperatura que existen en dicho CAI de difracción de rayos X.

Utilizamos dos rendijas, una con una divergencia de 1º para la óptica primaria; y rendija anti-scatter 1º (rendija recepción 0,05 mm) para la óptica secundaria. Para la eliminar la contribución de las líneas  $K\beta$  se utiliza un monocromador curvado de cobre.

#### **- Caracterización Estructural y Composicional:**

El estudio de la estructura – morfología de las muestras se realiza mediante Microscopía Electrónica de Barrido que nos informa de la homogeneidad, impurezas y posibles daños estructurales.

Se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido, marca JEOL, modelo JSM 6400, con una tensión de aceleración de 0,2 a 40 kV., tiene una resolución de 35 Å a una distancia de trabajo de 8 mm y 35 kV.

Este microscopio lleva incorporado un Espectrómetro de Dispersión de Energías de rayos X (EDS) marca Oxford, modelo INCA, con una resolución de 133 eV a 5,39 keV. Que nos va a permitir realizar un análisis químico elemental

Las investigaciones con estas herramientas de Difracción y Microscopía Electrónica de Barrido son previas e imprescindibles, y nos van a caracterizar de forma inicial al material. Para llevar a cabo una caracterización cualitativa y cuantitativa de forma exhaustiva será necesario futuros estudios y análisis con Microscopía Electrónica de Transmisión y estudios ultraestructurales.

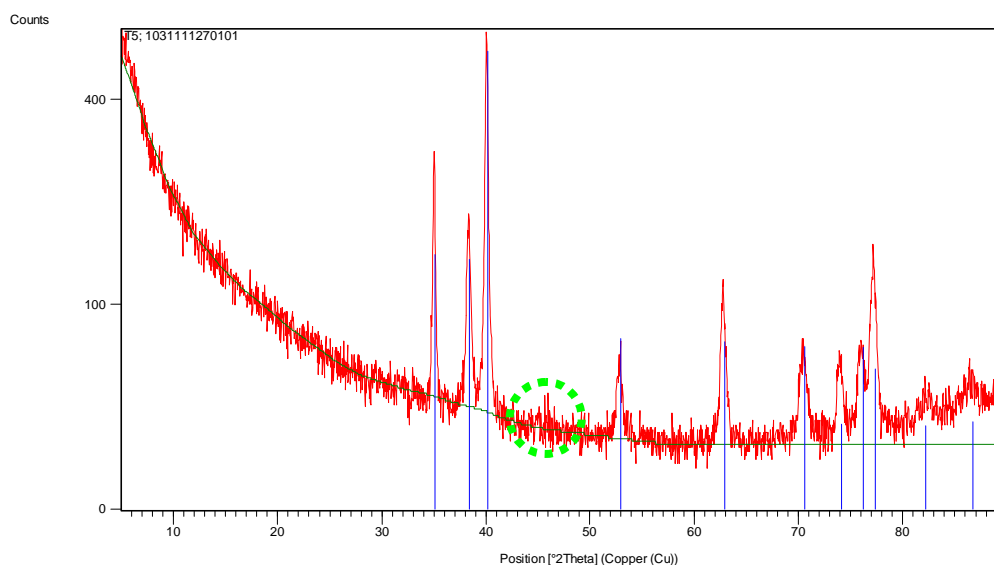
## 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 1- DIFRACCIÓN DE RAYOS X

#### BARRAS DE TITANIO

#### **BARRA A** - Muestra T5: Titanio grado IV. Diámetro 5 mm. Ref. 05P0086

Los resultados referentes a la difracción de Rayos X de la Barra A pueden observarse en este diagrama:



**Figura 1- Diagrama de difracción de rayos X correspondiente a la muestra T5 Titanio grado IV. d=5 mm (Ref. 05P0086)**

Se observa la existencia de algunos máximos de difracción (indicado con un círculo verde) que pueden indicar la presencia de otras **fases secundarias**. Identificar esta fase requiere un estudio más detallado mediante Difracción de rayos X y Microscopía Electrónica de alta resolución (SAED/HRTEM). La presencia de estas **fases secundarias (o impurezas)** es conocido que pueden modificar las propiedades físicas y químicas de los implantes de Ti de partida utilizados para la fabricación de implantes. Sin embargo, cuando se compara con los máximos de difracción del patrón estándar de titanio, se comprueba que nuestra muestra T5 es estructuralmente muy similar.

En la tabla I se recogen los datos de los diagramas experimentales de la Barra A, muestra T5, donde observamos diferentes datos como: la posición del máximo (indicado en valores de difracción  $2\Theta$ ), la intensidad absoluta del pico de difracción (Height, indicado en cuentas, [cts]), los errores de medida de  $2\Theta$  (FWHM [ $^{\circ}2\Theta$ .]), la intensidad relativa (Rel. Int. [%], referenciada al máximo de mayor intensidad en cuentas), la anchura del máximo (Tip width [ $^{\circ}2\Theta$ .]) y, por último, la ficha de referencia “Matched by” (que de manera automática asigna el programa de medida), que en este caso es la nº 03-065-9622.

Se observa la presencia de dos máximos sin indexar, que pueden corresponderse con la presencia de fases impurezas, como previamente se comentó en el diagrama de la fig. 1.

Cabe destacar que, partir de la relación altura/anchura se puede estimar el **grado de cristalinización** de la muestra, que en este caso está alterado.

**TABLA I - LISTADO DE MÁXIMOS DE DIFRACCION CORRESPONDIENTES A LA FIGURA 1. (MUESTRA T5)**

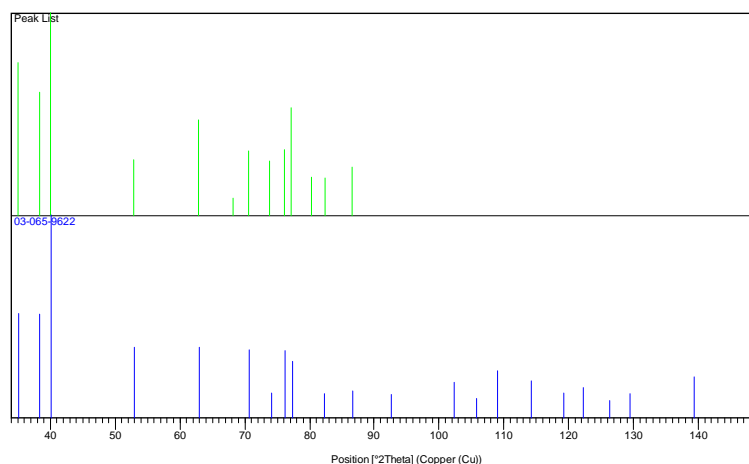
Pos. [ $^{\circ}2\Theta$ .]	Height [cts]	FWHM [ $^{\circ}2\Theta$ .]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip width [ $^{\circ}2\Theta$ .]	Matched by
34,9994	281,83	0,1968	2,56380	56,66	0,2362	03-065-9622
38,3344	183,33	0,1968	2,34809	36,86	0,2362	03-065-9622
40,0503	497,38	0,2755	2,25135	100,00	0,3306	03-065-9622
52,8435	37,32	0,5510	1,73254	7,50	0,6612	03-065-9622
62,8107	110,84	0,1968	1,47947	22,28	0,2362	03-065-9622
68,2079	3,81	0,7872	1,37496	0,77	0,9446	
70,5301	50,55	0,3149	1,33528	10,16	0,3779	03-065-9622
73,8445	35,59	0,5510	1,28333	7,16	0,6612	03-065-9622
76,0637	52,71	0,5510	1,25132	10,60	0,6612	03-065-9622
77,1832	139,39	0,5510	1,23594	28,03	0,6612	03-065-9622
80,2198	17,70	0,1181	1,19663	3,56	0,1417	
82,3277	17,09	0,7872	1,17125	3,44	0,9446	03-065-9622
86,5889	28,11	0,9600	1,12330	5,65	1,1520	03-065-9622



La tabla II recoge la ficha de referencia, que corresponde al Ti estándar, donde puede observarse a partir de los datos que existe un buen ajuste entre los datos experimentales (nuestros resultados) y los teóricos.

**TABLA II - IDENTIFICACIÓN DE FASES PRESENTES EN LA FIGURA 1. (Patrón Estándar)**

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	03-065-9622	65	Titanium	0,000	0,865	Ti

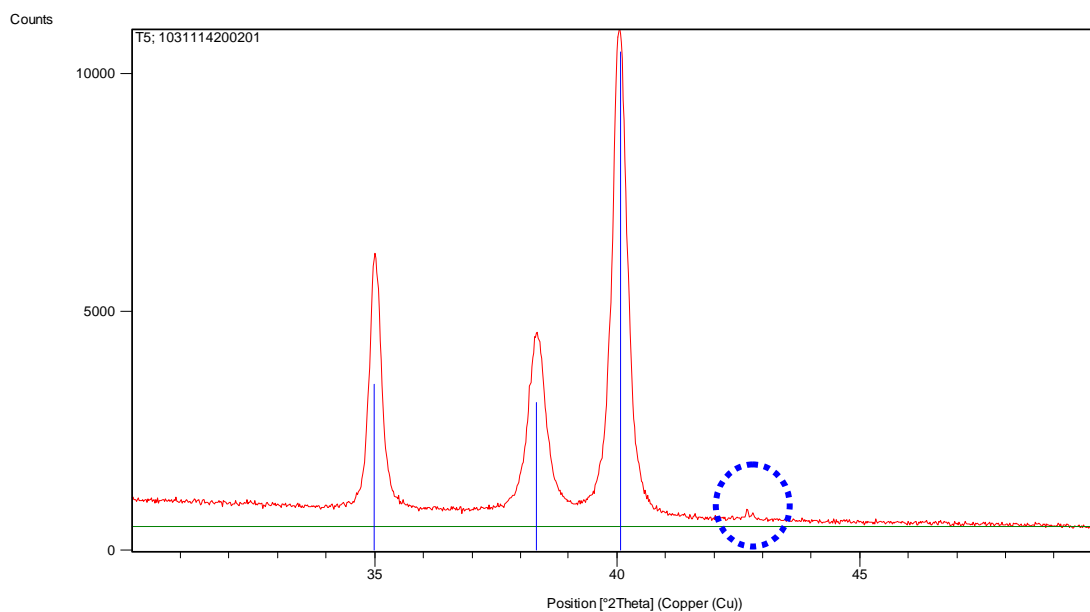


**Figura 2- Verde: diagrama de líneas de rayos X Titanio estándar de la figura 1. Azul: diagrama de líneas de rayos X de la muestra T5 de la figura 1 : identificación de las fases presentes .**

En la figura 2 se recogen los difractogramas de difracción correspondientes a la ficha teórica de referencia (patrón estándar), en este caso la nº 03-065-9622 (azul) y el experimental muestra T5 (verde).

“Por simplicidad” se representan en forma de líneas, donde además se ha eliminado la línea base, que suele dar información del grado de amorfización de la fase. Puede observarse que el grado de ajuste entre los ángulos de difracción  $2\theta$  de medida es bastante bueno, pudiendo, por tanto, afirmar que el material de partida se corresponde con Ti.

Con objeto de estudiar con más detalle la zona de difracción donde se han detectado las impurezas hemos realizado un análisis más detallado. Para ello, se realiza un segundo diagrama de difracción entre rangos de medida de  $30 \leq 2\theta \leq 50$ , con un paso de medida más corto y tiempos más largos, que da lugar a una mayor sensibilidad en la recogida de los datos y, por tanto, más precisión. Con este estudio, se puede descartar que se trata de máximos de difracción y no de ruido electrónico o artefacto introducido por el aparato de difracción.



**Figura 3- Ampliación de la figura 1. Muestra T5, (entre  $2\theta=0-50^\circ$ ).**

Efectivamente, existe una fase secundaria minoritaria que necesita ser identificada por Espectrómetro de Dispersión de Energías de rayos X (EDS).

La tabla III recoge los datos experimentales de la muestra T5. Puede observarse que no existe un ajuste adecuado para el  $2\theta = 42,6783$ , lo que puede corresponderse con fases de impurezas.

**TABLA III - LISTADO DE MÁXIMOS DE DIFRACCION CORRESPONDIENTES A LA FIGURA 3 (MUESTRA T5)**

Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip width [ $^{\circ}2\theta$ .]	Matched by
34,9883	5600,65	0,1968	2,56459	54,10	0,2362	00-005-0682
38,2142	3052,70	0,0720	2,35324	29,49	0,0864	00-005-0682
38,3247	4028,37	0,1968	2,34866	38,91	0,2362	00-005-0682
40,0670	10353,28	0,2755	2,25046	100,00	0,3306	00-005-0682
42,6783	361,72	0,0720	2,11686	3,49	0,0864	

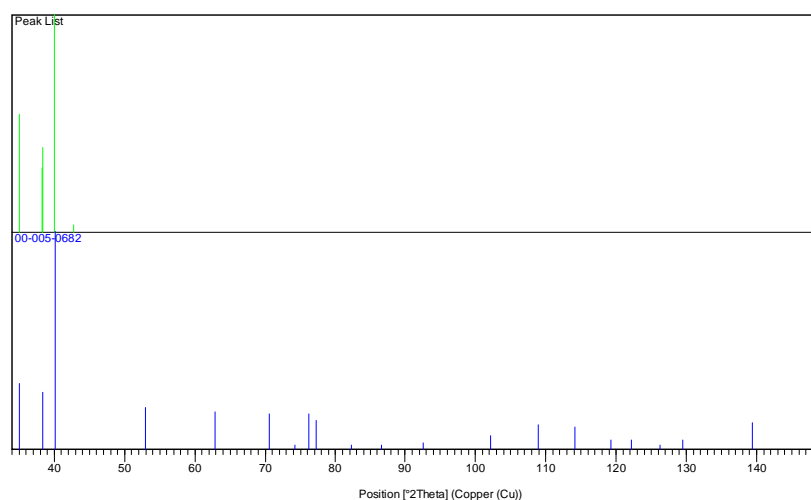
La tabla IV recoge la ficha de referencia, que corresponde al Ti estándar, que corrobora que existe un buen ajuste entre los datos experimentales (nuestros resultados) y los teóricos.

**TABLA IV - IDENTIFICACIÓN DE FASES PRESENTES EN LA FIGURA 3. (Patrón estándar)**

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [ $^{\circ}2\theta$ .]	Scale Factor	Chemical Formula
*	03-065-9622	48	Titanium, syn	0,000	0,903	Ti

En la figura 4 se recogen los difractogramas de difracción correspondientes a la ficha teórica estándar de referencia, nº 03-065-9622 (azul) y el experimental (verde).

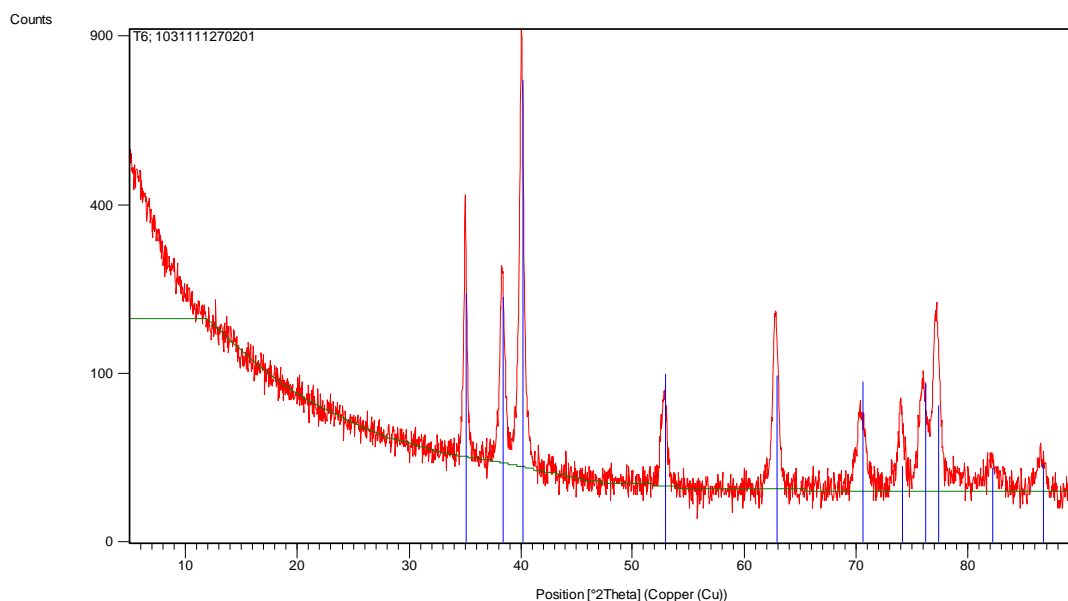
Puede observarse que el grado de ajuste entre los ángulos de difracción de medida ( $30 \leq 2\theta \leq 50$ ) es bastante bueno, pudiendo, por tanto, afirmar que el material de partida se corresponde con Ti.



**Figura 4- Verde: diagrama de líneas de rayos X Titanio estándar de la figura 3. Azul: diagrama de líneas de rayos X de la muestra T5 de la figura 3: identificación de las fases presentes .**

## BARRA B - Muestra T6: Titanio grado IV. Diámetro 6 mm Ref. 0M12474

Los resultados referentes a la difracción de Rayos X de la Barra B pueden observarse en este diagrama:



**Figura 5- Diagrama de difracción de rayos X correspondiente a la muestra T6 Titanio grado 4. d=6 mm Ref. 0M12474**

En este diagrama de difracción correspondiente a la muestra T6 Titanio grado 4. d=6 mm Ref. 0M12474 se observa la presencia de una línea base de menor intensidad que en la muestra anterior, lo que puede indicar una **mayor cristalinidad** del material de partida y, por el contrario, **no se observa la presencia de fases secundarias**, que se pone de manifiesto en la tabla IV, donde todos los máximos se indexan de acuerdo con la ficha de referencia, correspondiente al Ti (nº 03-065-9622), no existiendo diferencias.

**TABLA V- LISTADO DE MÁXIMOS DE DIFRACCIÓN CORRESPONDIENTES A LA FIGURA 5 (MUESTRA T6)**

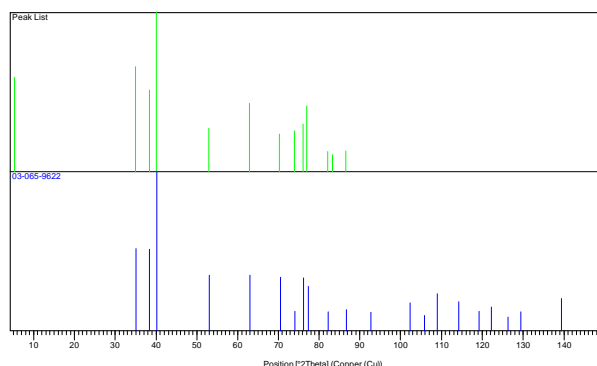
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip width [°2Th.]	Matched by
34,9900	395,71	0,1574	2,56447	43,23	0,1889	03-065-9622
38,3178	238,27	0,3936	2,34906	26,03	0,4723	03-065-9622
40,0332	915,33	0,2755	2,25227	100,00	0,3306	03-065-9622
52,8934	67,09	0,3936	1,73102	7,33	0,4723	03-065-9622
62,7878	168,08	0,3936	1,47996	18,36	0,4723	03-065-9622
70,3134	51,39	0,3936	1,33886	5,61	0,4723	03-065-9622
73,9897	59,34	0,3936	1,28117	6,48	0,4723	03-065-9622
76,0298	81,34	0,4723	1,25179	8,89	0,5668	03-065-9622
77,0296	154,19	0,2362	1,23802	16,84	0,2834	03-065-9622
82,0751	14,51	0,4723	1,17422	1,59	0,5668	03-065-9622
86,6316	15,30	0,9600	1,12285	1,67	1,1520	03-065-9622

La tabla VI nos confirma la similitud de la ficha de referencia estándar con nuestra muestra T6, lo que indica que existe un buen ajuste entre los datos experimentales (T6) y los teóricos.

**TABLA VI : IDENTIFICACIÓN DE FASES PRESENTES EN LA FIGURA 5 (Patrón estándar)**

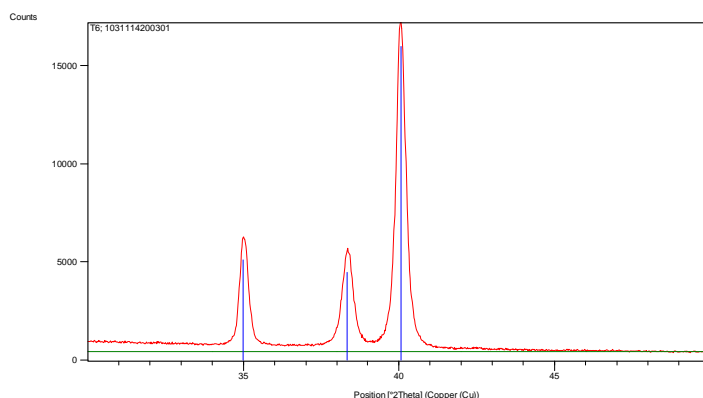
Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	03-065-9622	70	Titanium	0,000	0,766	Ti

En la figura 6 se recogen los difractogramas de líneas correspondientes a la ficha estándar de referencia, en este caso la nº 03-065-9622 (azul) y el experimental (verde). Puede observarse que el grado de ajuste entre los ángulos de difracción  $2\theta$  de medida es bastante bueno, pudiendo, por tanto, afirmar que el material de partida se corresponde con Ti.



**Figura 6- Verde: diagrama de líneas de rayos X Titanio estándar de la figura 5. Azul: diagrama de líneas de rayos X de la muestra T6 de la figura 15: identificación de las fases presentes .**

Con objeto de estudiar con más detalle si se han detectado fases secundarias, hemos realizado un estudio más detallado (figura 7). Para ello, se realiza un segundo diagrama de difracción entre rangos de medida de  $30 \leq 2\theta \leq 50$ , con un paso de medida más corto y tiempos más largos, que da lugar a una mayor sensibilidad en la recogida de los datos y, por tanto, más precisión.



**Figura 7: Ampliación de la figura 5 de la muestra T6 (entre  $2\theta=0-50^\circ$ ).**

En esta gráfica (figura 7 página anterior) no se observan fases secundarias y podemos afirmar la naturaleza monofásica (o pureza) de este implante, como así lo pone de manifiesto los datos recogidos en la tabla VII.

Todos los máximos se indexan de acuerdo con el material de referencia de la Tabla VIII.

**TABLA VII: LISTADO DE MÁXIMOS DE DIFRACCIÓN CORRESPONDIENTES A LA FIGURA 7 (MUESTRA T6)**

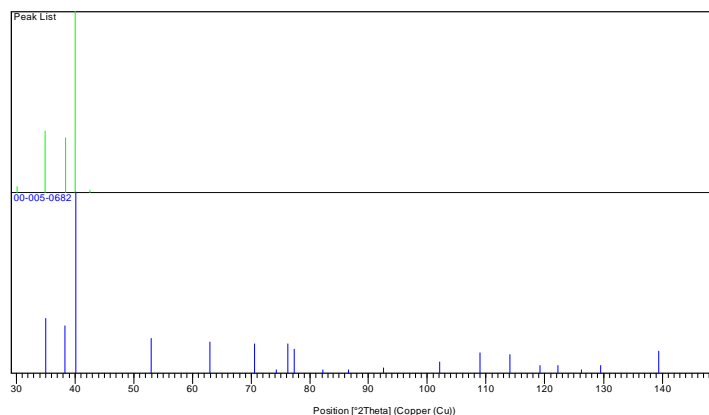
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip width [°2Th.]	Matched by
34,9617	5606,98	0,2362	2,56648	33,86	0,2834	00-005-0682
38,3892	4991,75	0,2558	2,34486	30,14	0,3070	00-005-0682
40,0347	16560,13	0,2952	2,25219	100,00	0,3542	00-005-0682

**TABLA VIII : IDENTIFICACIÓN DE FASES PRESENTES EN LA FIGURA 7 (Patrón estándar)**

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-005-0682	70	Titanium, syn	0,000	0,891	Ti



En la figura 8 se recogen los difractogramas de difracción correspondientes a la ficha teórica estándar, en este caso la nº 03-065-9622 (azul) y el experimental (verde), donde se observa que existe un grado de ajuste bueno entre los ángulos de difracción  $2\theta$  de medida, que confirma que el material de partida investigado (muestra T6) se corresponde con Ti metálico de alta pureza (Ti estándar).



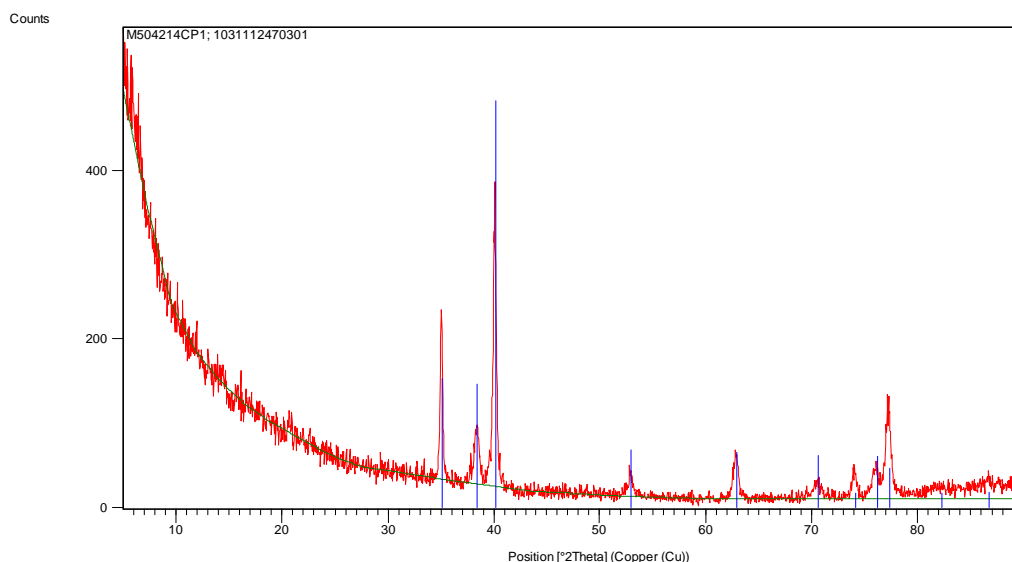
**Figura 8 - Verde: diagrama de líneas de rayos X Titanio estándar de la figura 7. Azul: diagrama de líneas de rayos X de la muestra T6 de la figura 7: Identificación de las fases presentes .**

## **IMPLANTES DE TITANIO**

- SERIE M1 -

### **MUESTRA M11 – Implante mecanizado y limpio. Ref- M504214 CP**

Los resultados del Difractograma correspondiente a la muestra del implante mecanizado y limpio M11 son los siguientes:



**Figura 9 -Diagrama de difracción de rayos X correspondiente a la muestra M11 - Mecanizado y limpio. (Ref. M504214 CP)**

En este diagrama de difracción se observa la presencia de una línea base de mayor intensidad que en las muestras de las barras, lo que puede indicar una menor cristalinidad. Por el contrario, no se observa la presencia de fases secundarias, que se pone de manifiesto en la tabla IV, donde todos los máximos se indexan de acuerdo con la ficha estándar, correspondiente al Ti (nº 03-065-9622).

En la tabla IX, podemos observar a altos ángulos de difracción la existencia de un máximo sin indexar, pero de poca intensidad, no traducible en fases secundarias.

La tabla X corrobora la similitud entre la muestra M11 y el material estándar.

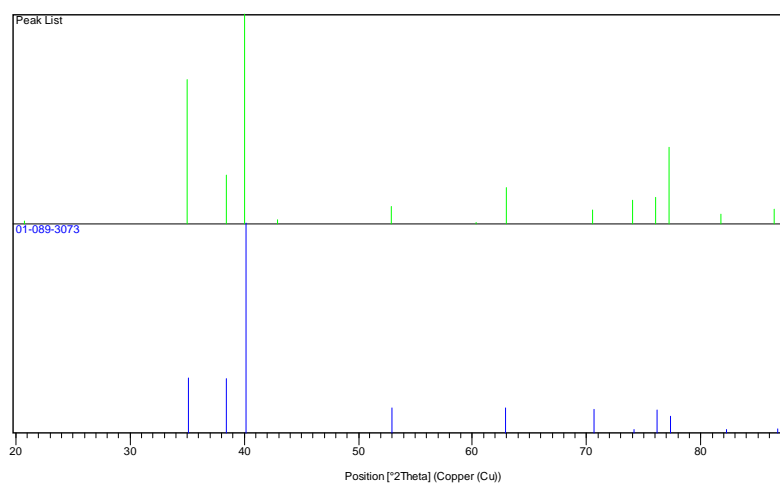
**TABLA IX : LISTADO DE MÁXIMOS DE DIFRACCIÓN CORRESPONDIENTES A LA FIGURA 9 (MUESTRA M11)**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip width [°2Th.]	Matched by
34,9975	200,11	0,1968	2,56394	68,71	0,2362	01-089-3073
38,3965	67,63	0,3936	2,34443	23,22	0,4723	01-089-3073
40,0226	291,26	0,1968	2,25285	100,00	0,2362	01-089-3073
52,9154	23,99	0,2362	1,73035	8,24	0,2834	01-089-3073
62,9923	50,06	0,3149	1,47564	17,19	0,3779	01-089-3073
70,5200	19,47	0,3936	1,33545	6,68	0,4723	01-089-3073
74,0450	33,28	0,3936	1,28035	11,43	0,4723	01-089-3073
76,0392	36,35	0,3936	1,25166	12,48	0,4723	01-089-3073
77,1943	106,54	0,4723	1,23579	36,58	0,5668	01-089-3073
81,7635	13,61	1,2595	1,17790	4,67	1,5114	
86,4278	20,68	1,5360	1,12498	7,10	1,8432	01-089-3073

**TABLA X : IDENTIFICACIÓN DE FASES PRESENTES EN FIGURA 9 (Patrón estándar)**

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	03-065-9622	52	Titanium	0,000	0,802	Ti

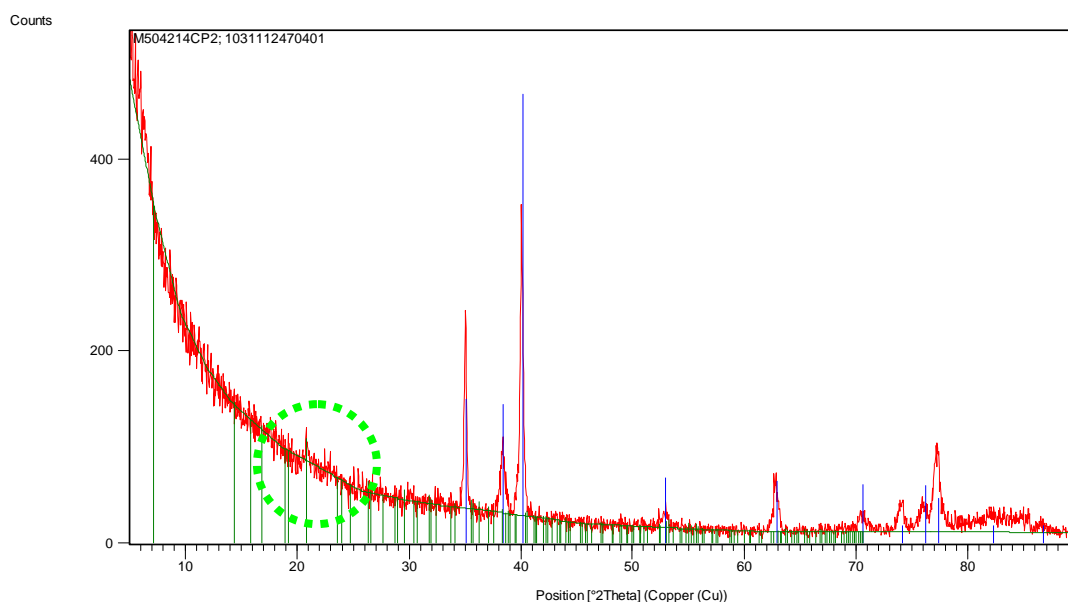
En la figura 10 se muestran los difractogramas correspondientes a la ficha estándar, nº 03-065-9622 (azul) y el experimental (verde), y observamos un adecuado grado de ajuste entre los ángulos de difracción  $2\theta$ , pudiendo, por tanto, afirmarse que el material de partida se corresponde con Ti metálico de alta pureza.



**Figura 10- Verde: diagrama de líneas de rayos X de la muestra M11 de la figura 9. Azul: diagrama de líneas de rayos X estándar de la figura 9: identificación de las fases presentes .**

## MUESTRA M12 – Implante tratado con alúmina. Ref- M504214 CP

Este diagrama corresponde a los resultados de la muestra M12, implante tratado con alúmina.



**Figura 11: Diagrama de difracción de rayos X correspondiente a la muestra M12 tratada con alúmina. (Ref. M504214 CP)**

En esta figura podemos observar un pequeño máximo de difracción a bajo ángulo (círculo verde), indicativo de la formación/implantación de una fase impureza/secundaria, pudiéndose corresponder con alúmina implantada. Para evaluar la influencia del proceso de grabado con alúmina a nivel superficial se requiere un estudio posterior detallado por microscopia electrónica de barrido, SEM.

El tratamiento con alúmina no parece provocar ninguna alteración en la cristalinidad ni estructura del implante de partida, como puede observarse en la figura 11.

La tabla XI recoge los máximos de difracción presentes en el diagrama de la figura 11. Todos los máximos se ajustan adecuadamente a la ficha estándar, nº 01-071-0574.

**TABLA XI: LISTADO DE MÁXIMOS DE DIFRACCIÓN CORRESPONDIENTES A LA FIGURA 11 (MUESTRA M12)**

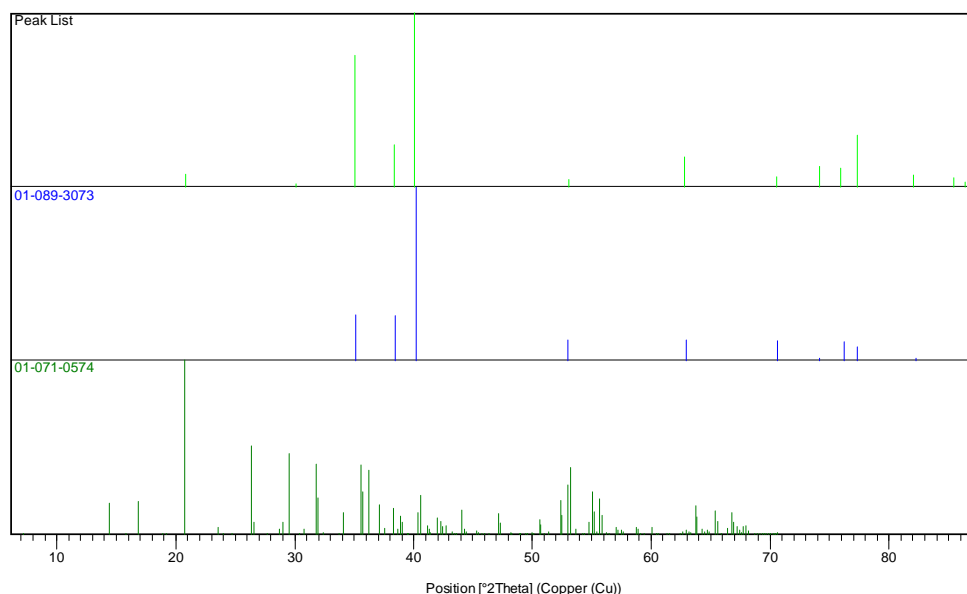
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip width [°2Th.]	Matched by
20,8474	20,23	0,2362	4,26106	7,42	0,2834	01-071-0574
35,0246	205,23	0,1968	2,56201	75,28	0,2362	01-089-3073
38,3673	65,92	0,3936	2,34615	24,18	0,4723	01-089-3073; 01-071-0574
40,0496	272,63	0,2362	2,25139	100,00	0,2834	01-089-3073; 01-071-0574
53,1002	11,16	0,3936	1,72477	4,09	0,4723	01-089-3073; 01-071-0574
62,7894	47,28	0,3936	1,47992	17,34	0,4723	01-089-3073; 01-071-0574
70,5270	16,00	0,5510	1,33533	5,87	0,6612	01-089-3073; 01-071-0574
74,1234	31,26	0,5510	1,27919	11,47	0,6612	01-089-3073
75,9482	28,79	0,4723	1,25293	10,56	0,5668	01-089-3073
77,3183	80,96	0,1968	1,23412	29,70	0,2362	01-089-3073
82,0671	18,60	0,6298	1,17431	6,82	0,7557	01-089-3073
85,4483	14,95	0,1574	1,13629	5,48	0,1889	
86,3689	6,96	0,7680	1,12559	2,55	0,9216	01-089-3073

En la tabla XII se recogen las fichas estándar de referencia que el programa de indexación asigna a los números 03-065-9622 y 01-071-0574, correspondientes a los materiales de composición Ti y  $\text{Ti}_4\text{O}_7$ . En la muestra M12 descartamos la existencia de  $\text{Ti}_4\text{O}_7$ ; sin embargo, sí podemos proponer la formación superficial de alguna fase secundaria de Ti, relacionada estructuralmente con el  $\text{Ti}_4\text{O}_7$ , como consecuencia del tratamiento con alúmina.

**TABLA XII: IDENTIFICACIÓN DE FASES PRESENTES EN FIGURA 11 (PATRÓN ESTÁNDAR)**

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	03-065-9622	53	Titanium	0,000	0,818	Ti
*	01-071-0574	2	Titanium Oxide	0,000	0,132	$\text{Ti}_4\text{O}_7$

La figura 12 recoge los diagramas de líneas correspondientes a las fases encontradas como referencia, Ti (azul) y  $\text{Ti}_4\text{O}_7$  (verde oscuro), y el diagrama experimental (verde claro).



**Figura 12- Verde claro: diagrama de líneas de rayos X de la muestra M12 de la figura 11. Azul: diagrama de líneas de rayos X estándar de Ti de la figura 11. Verde oscuro: diagrama de líneas de rayos X estándar de  $\text{Ti}_4\text{O}_7$  de la figura 11**

Comparando los diagramas, puede descartarse la existencia de  $\text{Ti}_4\text{O}_7$ , ya que sólo el primer máximo de esta fase coincide con el máximo de mayor intensidad de la fase/implante estándar.

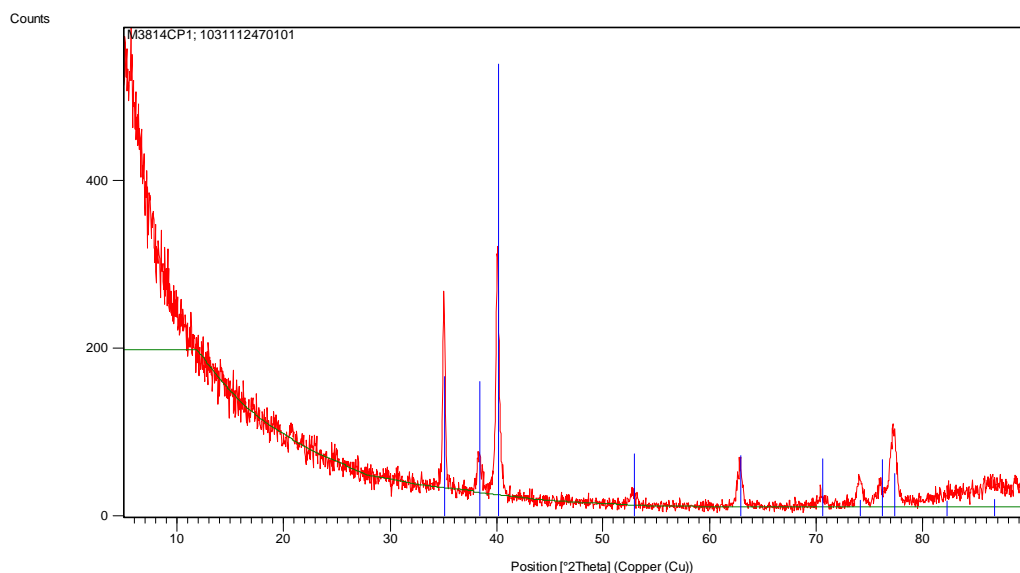
**En esta primera fase del estudio, hemos prescindido de presentarles los resultados de las muestras de los implantes esterilizados (M13 y M23) ya que los resultados fueron idénticos a los resultados de los implantes granallados.**



SERIE M2 -

### MUESTRA M21 – Implante mecanizado y limpio. Ref- M3814 CP

Este diagrama corresponde a los resultados de la muestra M21, implante mecanizado y limpio.



**Figura 13- Diagrama de difracción de rayos X correspondiente a la muestra Implante Mecanizado y limpio, M21. Ref. M3814 CP**

En esta gráfica podemos observar un mayor grosor de la línea base, que indica menor cristalinidad, lo que puede afectar a las propiedades mecánicas del implante, como la fragilidad a la fractura. Por el contrario, este fenómeno no sucedía en la muestra M11, que presentaba mayor cristalinidad.

En la tabla XIII se recogen los máximos extraídos del diagrama de la figura 13. Puede observarse que todos los máximos pueden asignarse a la ficha estándar(nº 01-089-3073), y que como se recoge en la tabla XIV se corresponde con Ti estándar.

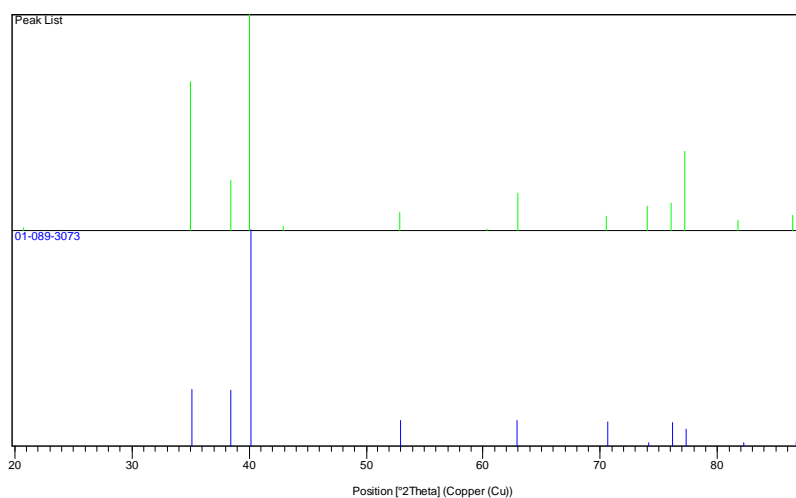
**TABLA XIII- LISTADO DE MÁXIMOS DE DIFRACCIÓN CORRESPONDIENTES A LA FIGURA 13 (MUESTRA M21)**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip width [°2Th.]	Matched by
34,9975	200,11	0,1968	2,56394	68,71	0,2362	01-089-3073
38,3965	67,63	0,3936	2,34443	23,22	0,4723	01-089-3073
40,0226	291,26	0,1968	2,25285	100,00	0,2362	01-089-3073
52,9154	23,99	0,2362	1,73035	8,24	0,2834	01-089-3073
62,9923	50,06	0,3149	1,47564	17,19	0,3779	01-089-3073
70,5200	19,47	0,3936	1,33545	6,68	0,4723	01-089-3073
74,0450	33,28	0,3936	1,28035	11,43	0,4723	01-089-3073
76,0392	36,35	0,3936	1,25166	12,48	0,4723	01-089-3073
77,1943	106,54	0,4723	1,23579	36,58	0,5668	01-089-3073
86,4278	20,68	1,5360	1,12498	7,10	1,8432	01-089-3073

**TABLA XIV: IDENTIFICACIÓN DE FASES PRESENTES EN FIGURA 13 (Patrón estándar)**

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	03-065-9622	52	Titanium	0,000	0,802	Ti

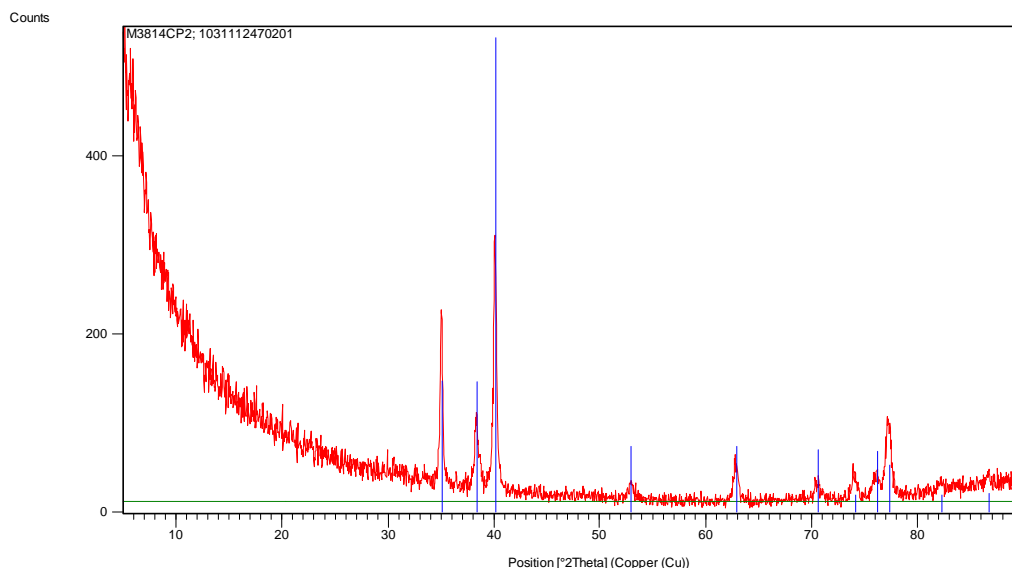
La figura 14 recoge los diagramas simplificados de líneas correspondientes a la muestra experimental (verde claro) y al Ti estándar (azul). Existe un adecuado ajuste entre ambos diagramas. En este sentido, podemos verificar que le tratamiento mecánico no da lugar a importantes modificaciones o alteraciones del material de partida.



**Figura 14- Verde: diagrama de líneas de rayos X de la muestra M21 de la figura 13. Azul: diagrama de líneas de rayos X estándar de la figura 13: identificación de las fases presentes .**

## MUESTRA M22 – Implante tratado con alúmina. Ref- M3814 CP

Esta gráfica representa los resultados de Difracción del implante tratado con alúmina de la serie 2.



**Figura 15: Diagrama de difracción de rayos X correspondiente a la muestra M22; Implante Tratado con alúmina (Ref. M3814CP)**

En este gráfico podemos apreciar un aumento del grosor de la línea base, que produce una ligera disminución de la cristalinidad del material, como consecuencia del tratamiento con  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Esta disminución puede ser deducida a partir de la relación altura/anchura de los máximos de difracción. En este sentido, es importante destacar que una de las causas podría ser que parte de la alúmina usada se haya implantado en el implante.

En la tabla XV puede observarse la existencia de varios máximos de difracción a bajos ángulos, que no pueden indexarse teniendo en cuenta la ficha estándar de referencia (nº 01-089-3073), que como se recoge en la tabla XVI corresponde a Ti metálico (estándar).

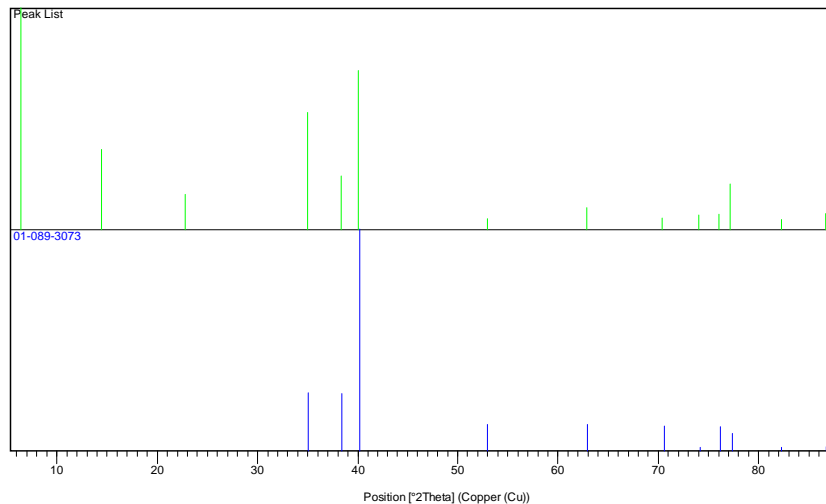
**TABLA XV- LISTADO DE MÁXIMOS DE DIFRACCIÓN CORRESPONDIENTES A LA FIGURA 15 (MUESTRA M22)**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip width [°2Th.]	Matched by
6,3882	415,39	0,9446	13,83615	100,00	1,1336	
14,4431	150,33	0,2362	6,13286	36,19	0,2834	
22,7483	66,38	0,3936	3,90913	15,98	0,4723	
34,9939	219,50	0,2362	2,56419	52,84	0,2834	01-089-3073
38,3427	100,28	0,2362	2,34759	24,14	0,2834	01-089-3073
40,0264	297,26	0,1574	2,25265	71,56	0,1889	01-089-3073
53,0074	20,84	0,3149	1,72757	5,02	0,3779	01-089-3073
62,8539	41,59	0,4723	1,47856	10,01	0,5668	01-089-3073
70,3752	21,52	0,1968	1,33784	5,18	0,2362	01-089-3073
73,9923	27,22	0,3936	1,28113	6,55	0,4723	01-089-3073
76,0277	28,72	0,4723	1,25182	6,91	0,5668	01-089-3073
77,1462	84,97	0,1968	1,23644	20,45	0,2362	01-089-3073
82,2840	19,50	0,4723	1,17177	4,69	0,5668	01-089-3073
86,6388	30,84	0,3840	1,12278	7,43	0,4608	01-089-3073

**TABLA XVI: IDENTIFICACIÓN DE FASES PRESENTES EN FIGURA 15 (PATRÓN ESTÁNDAR)**

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	03-065-9622	54	Titanium	0,000	0,952	Ti

La figura 16 recoge los diagramas de líneas de la muestra M22 (verde), donde se confirma que a ángulos  $2\theta \leq 30$  grados existen 3 máximos de difracción que no pueden asignarse al diagrama patrón de Ti (azul). Esto podría indicar la presencia de alúmina implantada.



**Figura 16- Verde: diagrama de líneas de rayos X de la muestra M22 de la figura 15.**

**Azul: diagrama de líneas de rayos X estándar de la figura 15: Identificación de las fases presentes .**

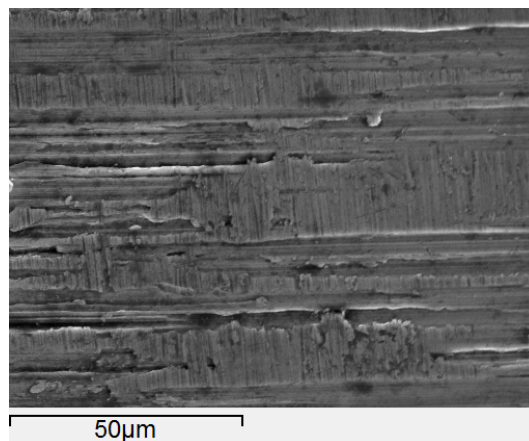
## **2- MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)**

### **BARRAS DE TITANIO**

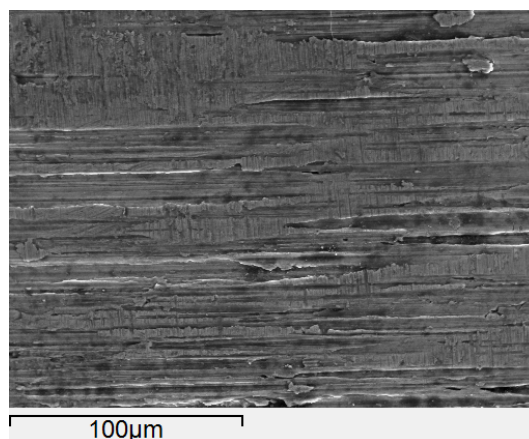
#### **BARRA A - Muestra T5: Titanio grado IV. Diámetro 5 mm. Ref. 05P0086**

En la **caracterización microestructural- morfológica** de la barra A a partir de las cuales se obtendrán los implantes, (figuras SEM 17 y 18) que la barra A presenta una microestructura homogénea, con los planos orientados de manera preferencial, sin la existencia de poros o discontinuidades.

No se observa la existencia de precipitados u otras fases secundarias.

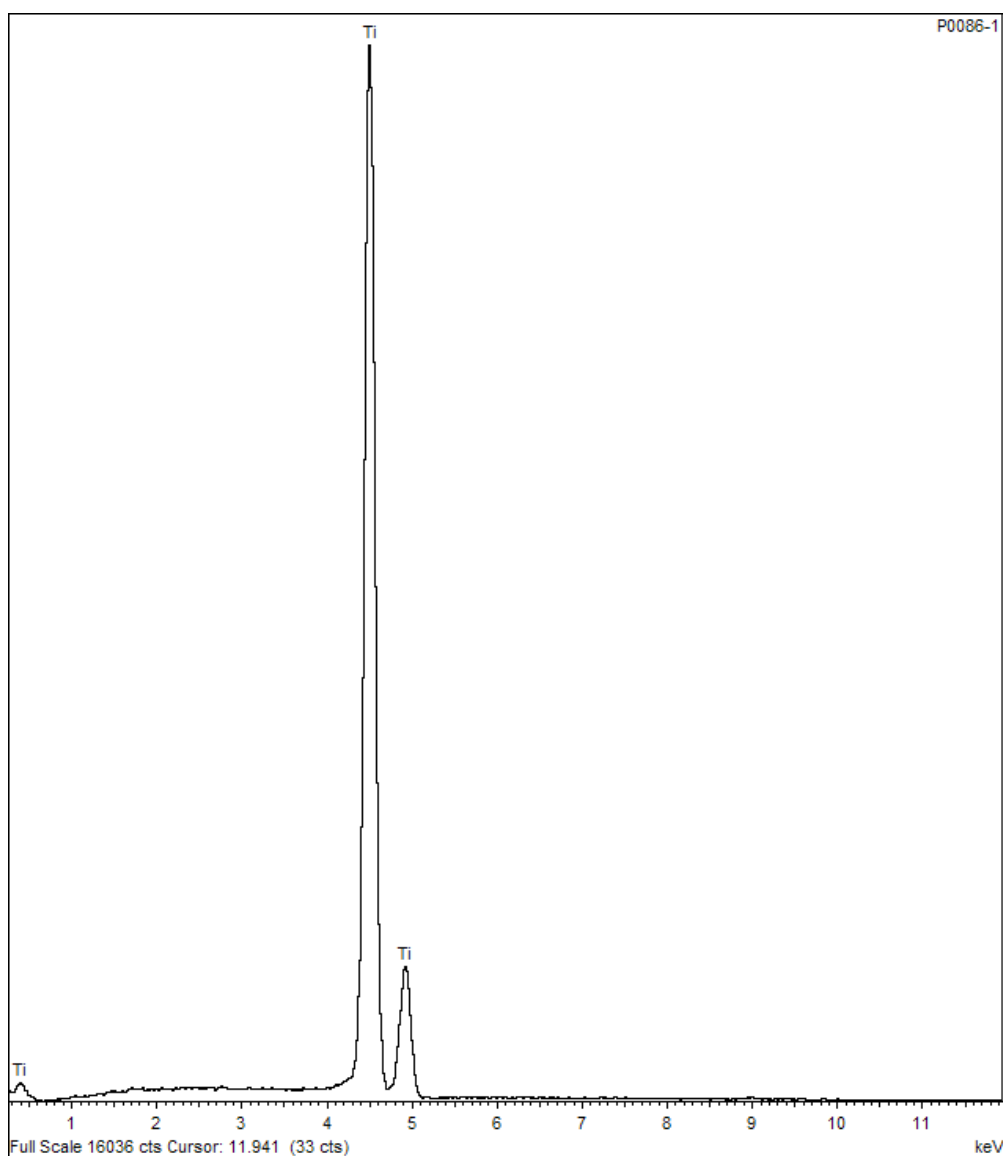


**Figura 17 – Imagen SEM de la muestra barra A de titanio grado 4. D=5 mm (Ref. 05P0086)**



**Figura 18 - Imagen SEM de la muestra barra A de titanio grado 4. D=5 mm (Ref. 05P0086)**

En el **análisis composicional mediante Espectrómetro de Dispersión de Energía de rayos X, (EDS)** se confirma (fig 19) que el material estudiado (barra A) es Ti puro, ya que sólo se observan las líneas de emisión en el espectro de energías correspondiente a este elemento.

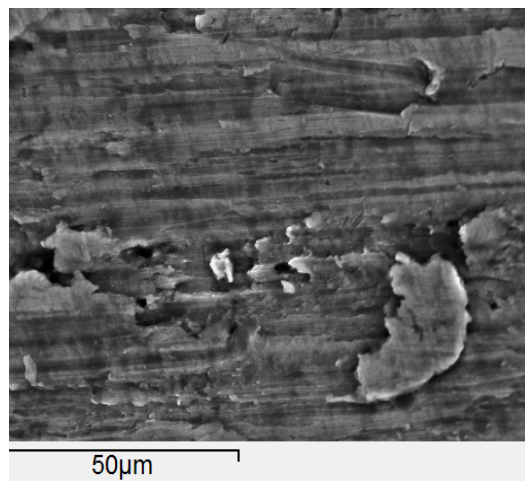


**Figura 19- EDS de la muestra barra A de titanio grado 4, 5 mm**

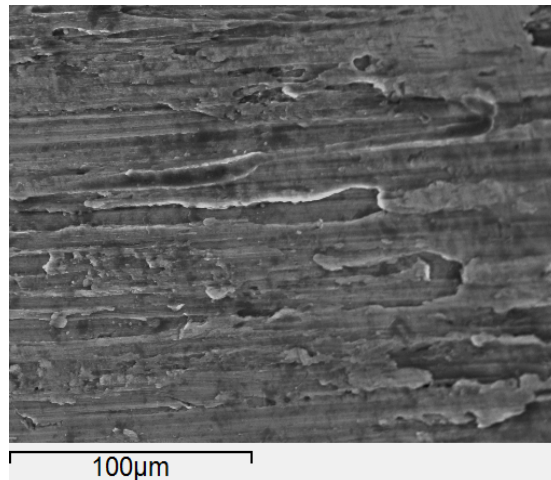


## **BARRA B - Muestra T5: Titanio grado IV. Diámetro 6 mm. Ref. 0M12474**

En la **caracterización microestructural- morfológica** de la barra B, (figuras SEM 20 y 21) encontramos el mismo fenómeno de homogeneidad microestructural que en la primera muestra (barra A). Sin embargo, en este caso los planos no se encuentran orientados de manera tan preferencial como en la muestra anterior. Tampoco se observa la existencia de precipitados u otras fases secundarias.

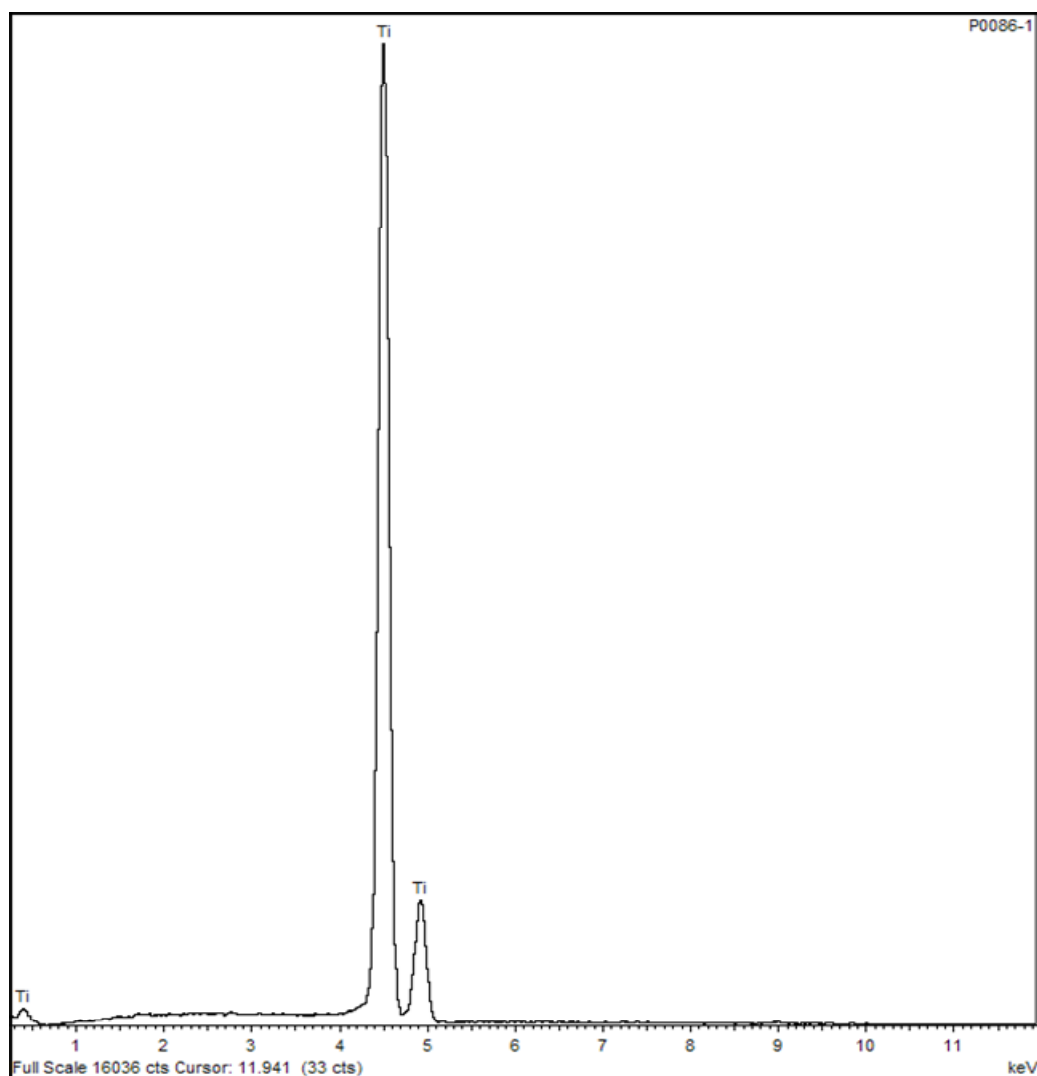


**Figura 20 - Imagen SEM de la muestra barra B de titanio grado 4. D=6 mm (Ref. 0M12474)**



**Figura 21 - Imagen SEM de la muestra barra B de titanio grado 4. D=6 mm (Ref. 0M12474)**

Referente al **análisis composicional mediante Espectometría de Dispersión de Energías de rayos X (EDS)** confirma como puede observarse en la figura 22, que el material estudiado es Ti puro, fenómeno similar a la muestra barra A. ya que sólo se observan las líneas de emisión en el espectro de energías correspondiente a este elemento.



**Figura 22-** Microanálisis EDS de la muestra barra B de titanio grado 4, 6 mm

## M11 - Implante mecanizado y limpio, serie 1. Ref. M504214)

El estudio de **caracterización microestructural- morfológica** mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), comienza con la observación a bajos aumentos (20 aumentos y posteriormente a 50 aumentos) de los implantes ya mecanizados con la forma final. Esto nos permite medir con alta precisión la pieza, así como la observación detallada de la misma.

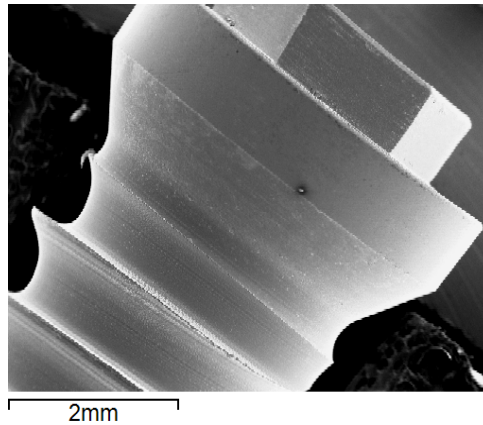


fig 23

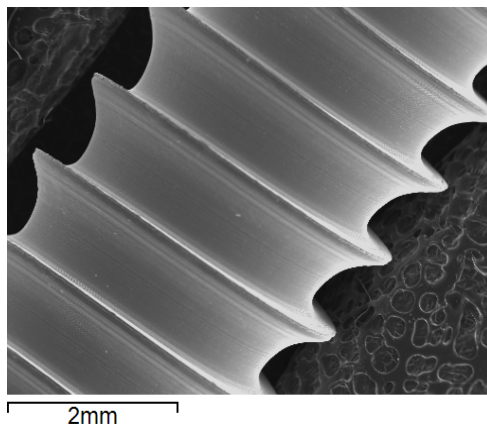


fig 24

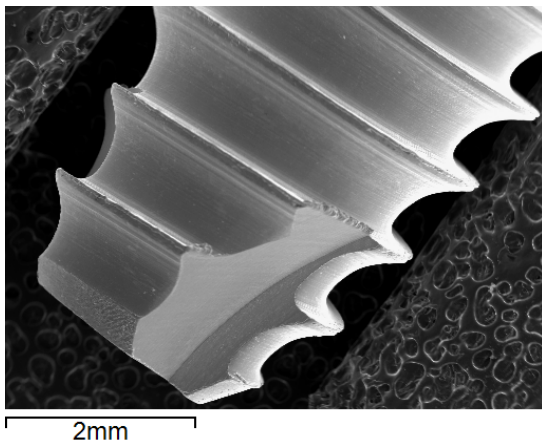
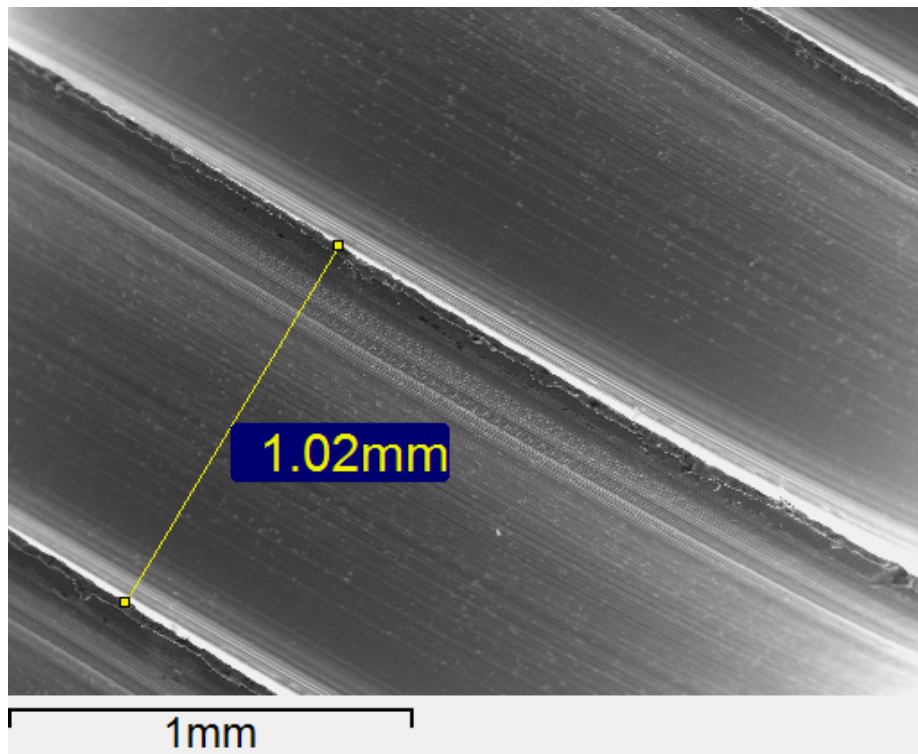


Fig 25

**Figura 23: Imagen SEM de la cabeza de la muestra M11 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO.**  
(REF. M504214 CP)

**Figura 24: Imagen SEM del centro de la muestra M11 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO.**  
(REF. M504214CP)

**Figura 25: Imagen SEM del ápice de la muestra M11 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO.**  
(REF. M504214 CP)



**Figura 26: Imagen SEM de la muestra M11 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO (REF. M504214 CP)**

En las figuras anteriores (fig. 23-26), con magnificación de 20 y 50 aumentos, observamos una homogeneidad morfológica adecuada y no existe precipitados en la superficie del implante.

Además, podemos observar la distancia entre los filetes ( $d=1.02 \text{ nm}$ ) es homogénea y presenta un perfecto mecanizado.

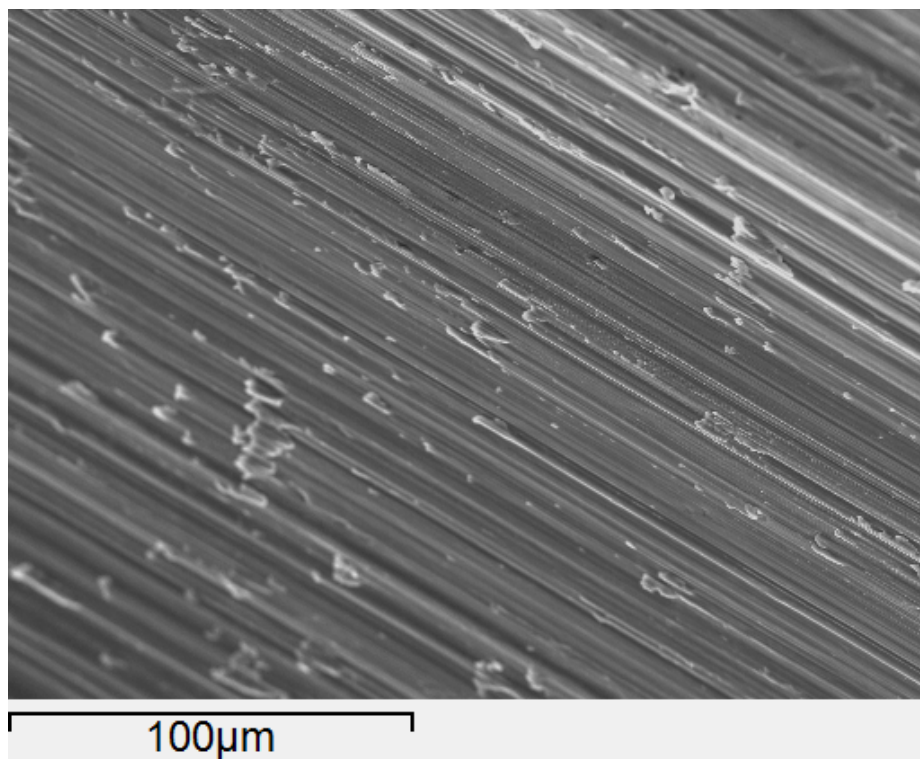


Figura 27: Imagen SEM entre espiras de la muestra M11 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO. (REF. M504214 CP)

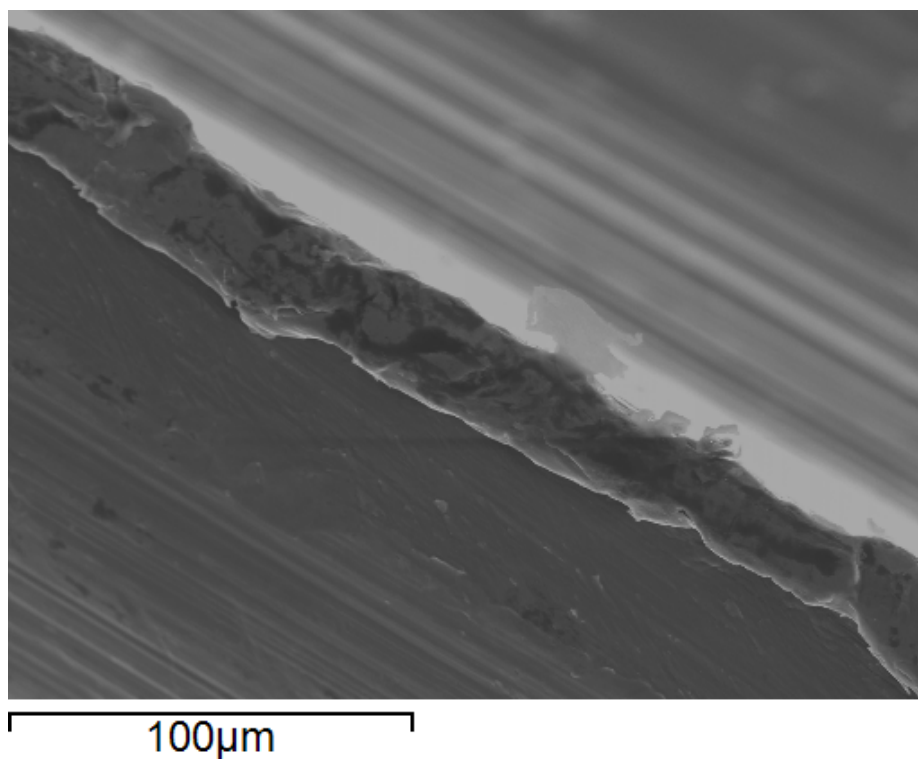
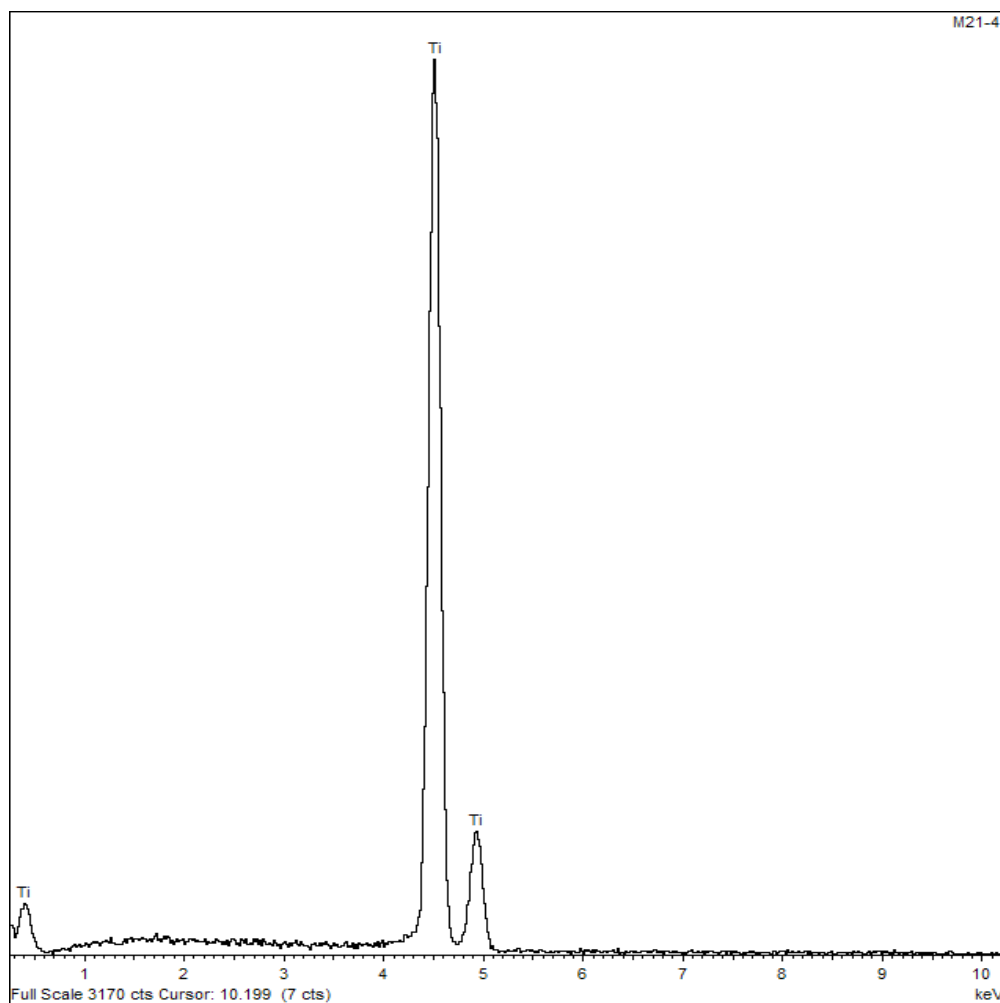


Figura 28: Imagen SEM de una espira de la muestra M11 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO. (REF. M504214 CP)

En las imágenes, a una resolución de 500 aumentos, (figuras 27 y 28) observamos las líneas direccionadas del mecanizado, así como los defectos creados y distribuidos al azar a lo largo de la superficie del implante por dicho proceso.

No se observa la presencia de poros, mejorando de este modo las propiedades mecánicas del implante y la resistencia a la fractura.

Los resultados del **análisis composicional mediante Espectrometría de Dispersión de Energías de rayos X (EDS)** de la muestra M11 (figura 29) confirman la inexistencia de ningún elemento contaminante. Únicamente se observa la presencia de titanio.



**Figura 29: Microanálisis EDS de la muestra M11**

## M12 - Implante tratado con alúmina, serie 1. Ref. M504214)

De la misma forma que en la muestra anterior, realizamos el estudio de **caracterización microestructural- morfológica** mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) de la muestra M12. Comienza con la observación a bajos aumentos (20 aumentos y posteriormente a 50 aumentos) de los implantes tratados con alúmina.

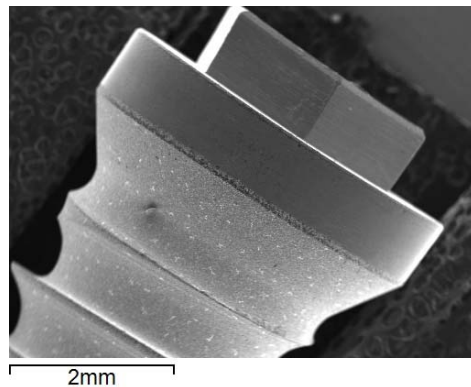


fig 30

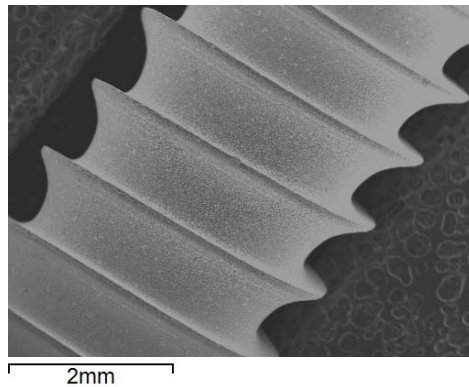


fig 31

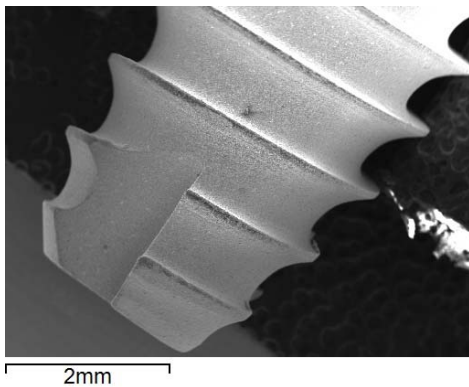


fig 32

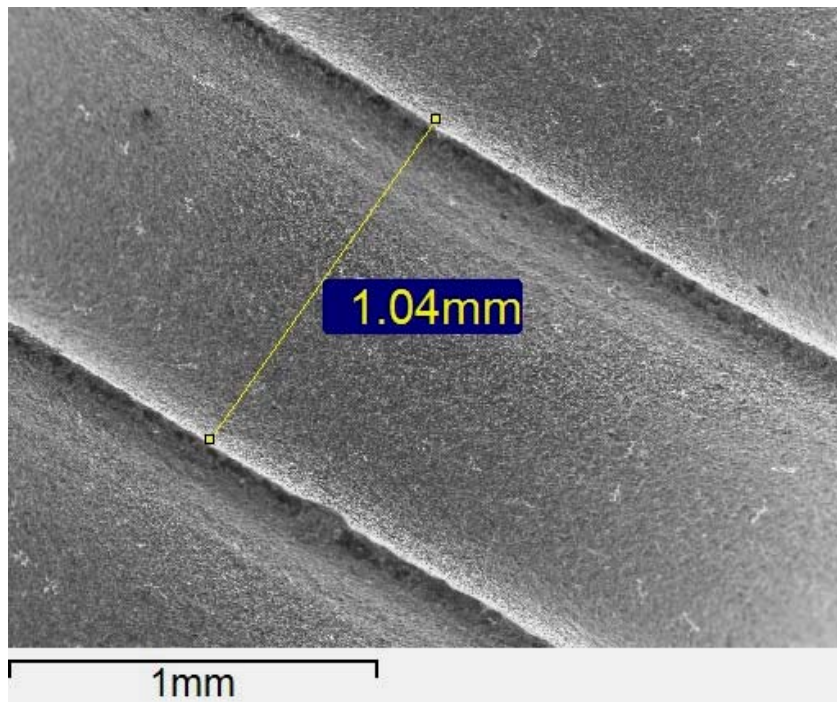


**Figura 30:** Imagen SEM de la cabeza de la muestra M12 IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA.  
(REF. M504214 CP)

**Figura 31:** Imagen SEM del centro de la muestra M12 IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA.  
(REF. M504214 CP)

**Figura 32:** Imagen SEM del ápice de la muestra M12 IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA.  
(REF. M504214 CP)

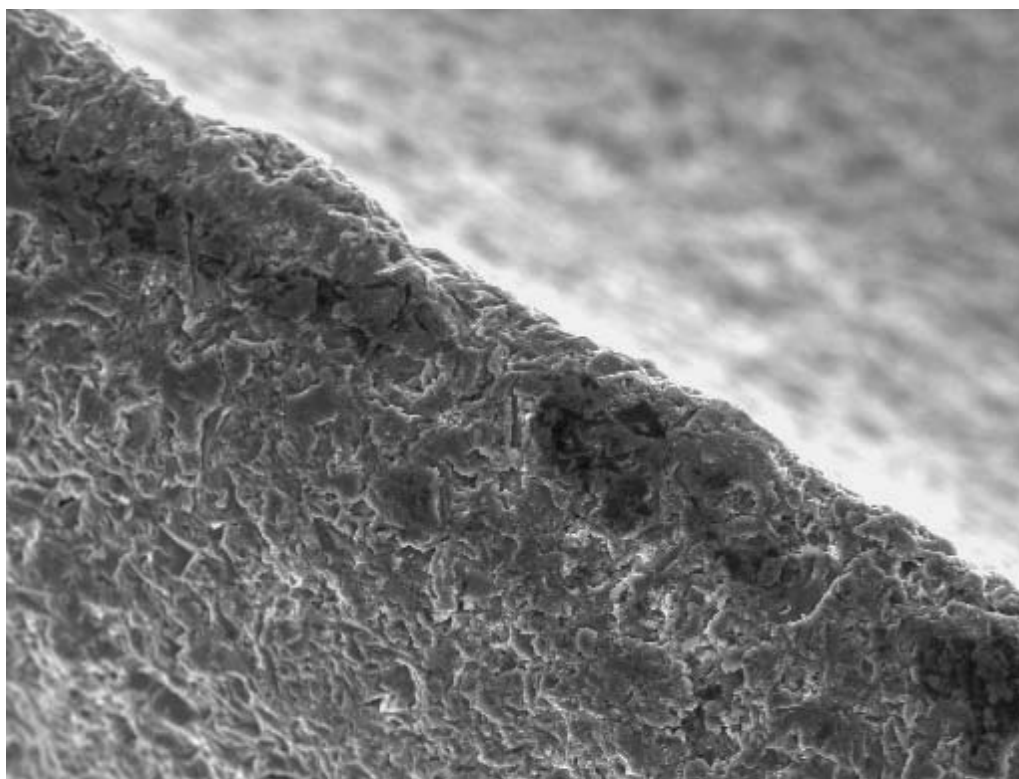
En las micrografías anteriores (fig 30-32), observamos la homogeneidad microestructural de toda la superficie del implante.



**Figura 33:** Imagen SEM de la muestra M12 IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA.  
(REF. M504214 CP)

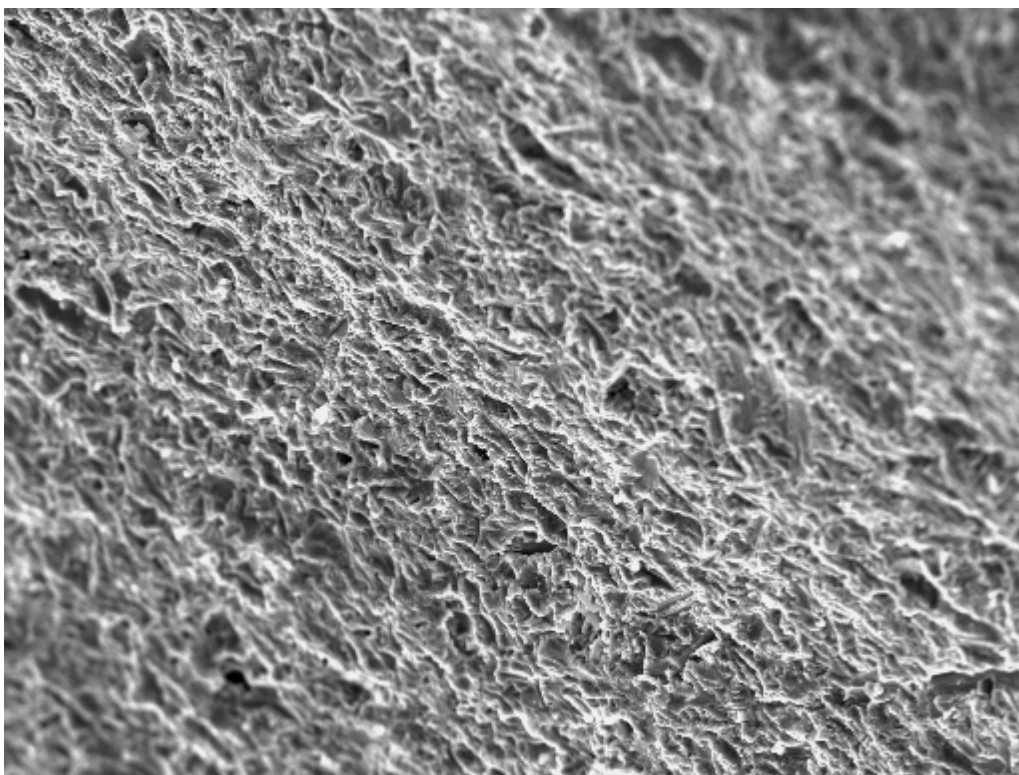
En la micrografía de la figura 33 (50 aumentos) podemos observar la aparición de rugosidades producidas por el chorreo con oxido de aluminio. Además, podemos observar un alisamiento de la superficie del filete así como la ausencia de direccionalidad de los cristales del material provocados por el chorreo con alúmina.





100μm

Figura 34: Imagen SEM de una espira de la muestra M12  
IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA. (REF. M504214 CP)



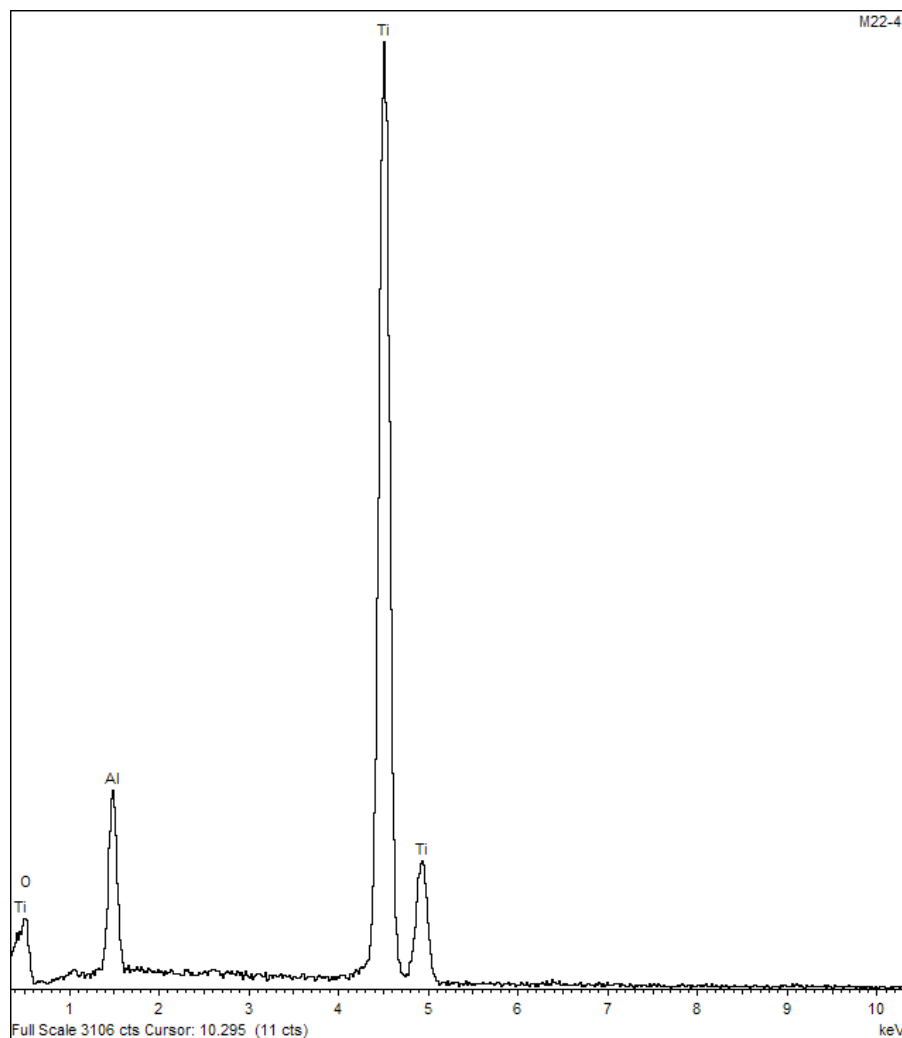
100μm

Figura 35: Imagen SEM entre espiras de la muestra M12  
IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA. (REF. M504214 CP)

En las micrografías de 500 aumentos, (fig. 34 y 35) podemos observar la presencia de rugosidades que no presentan homogeneidad a consecuencia del bombardeo de partículas a gran velocidad del tratamiento con óxido de aluminio.

Observamos que el filete (fig. 34) no presenta una superficie lisa y de igual forma presenta rugosidad debido al chorreo de la alúmina.

Los resultados del **análisis composicional mediante Espectometría de Dispersión de Energías de rayos X (EDS)** de la muestra M12 (figura 36) reflejan las líneas de emisión de Al y de oxígeno, correspondiente a alúmina implantada en el implante, como consecuencia del tratamiento del granallado.



**Figura 36. Microanálisis EDS de la muestra M22**

## M13 - Implante esterilizado, serie 1. Ref. M504214)

El estudio de **caracterización microestructural- morfológica** mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), (20 aumentos 50 aumentos) nos demuestra que de igual forma que en las muestras anteriores (M11 y M12), la muestra M13 presenta una homogeneidad morfológica adecuada sin la existencia de precipitados. (fig. 37-40)

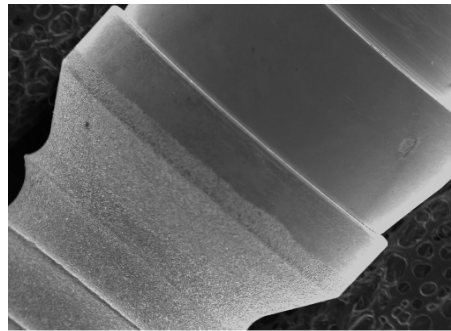
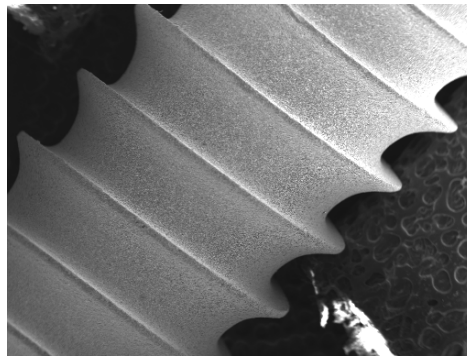
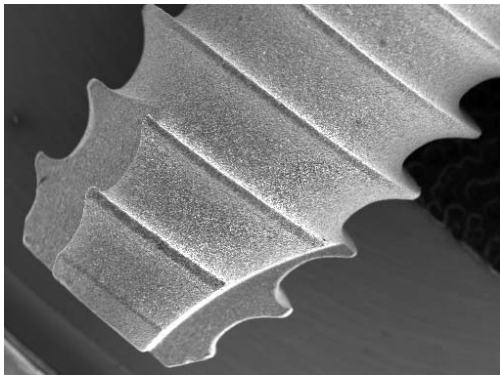


fig 37



fig



38

fig 39

Figura 37: Imagen SEM de la cabeza de la muestra M13 IMPLANTE ESTERILIZADO. (REF. M504214 CP)

Figura 38: Imagen SEM del centro de la muestra M13 IMPLANTE ESTERILIZADO. (REF. M504214 CP)

Figura 39: Imagen SEM del ápice de la muestra M13 IMPLANTE ESTERILIZADO. (REF. M504214 CP)

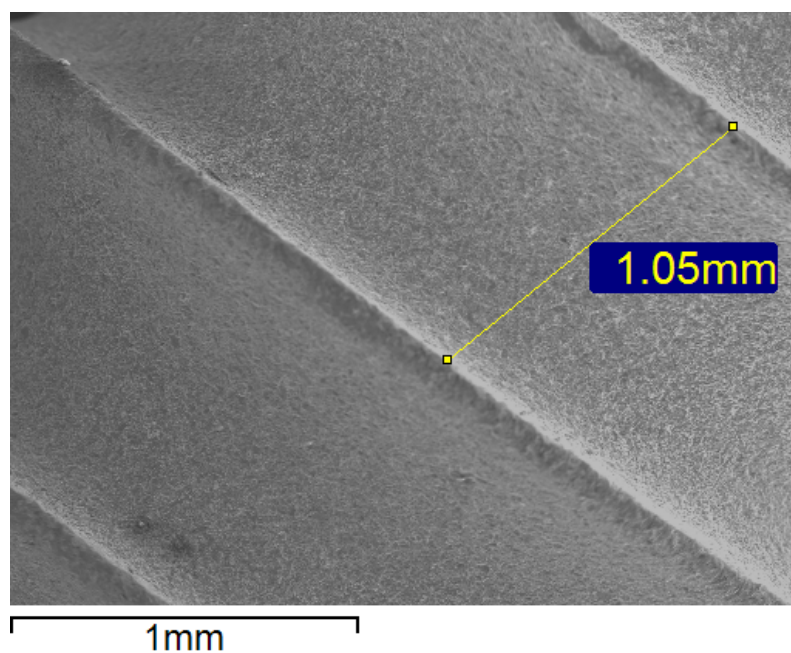
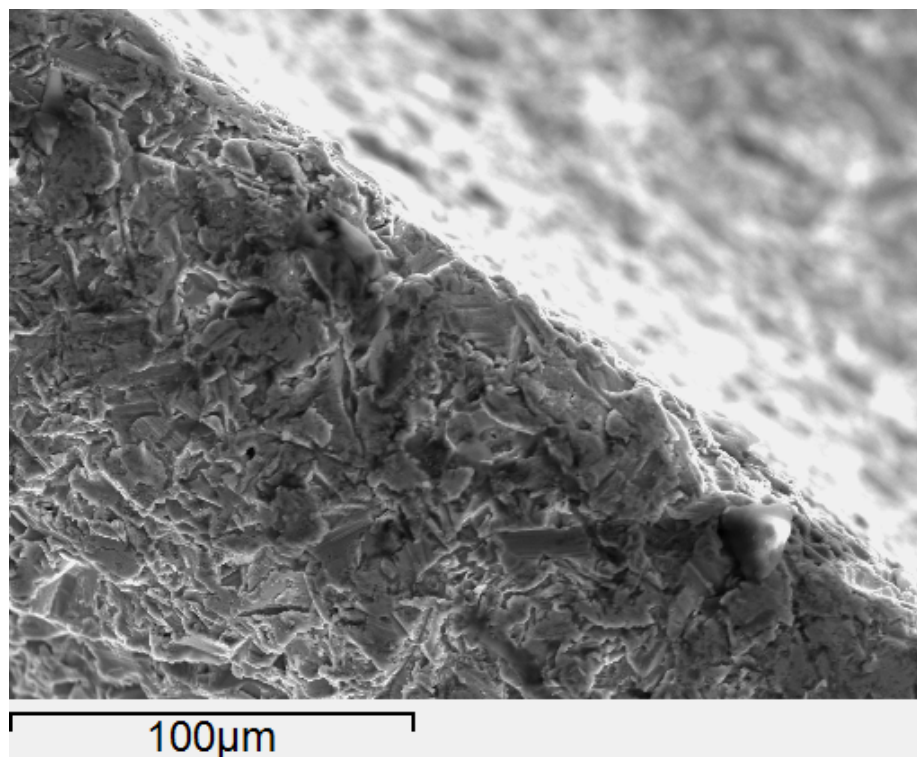
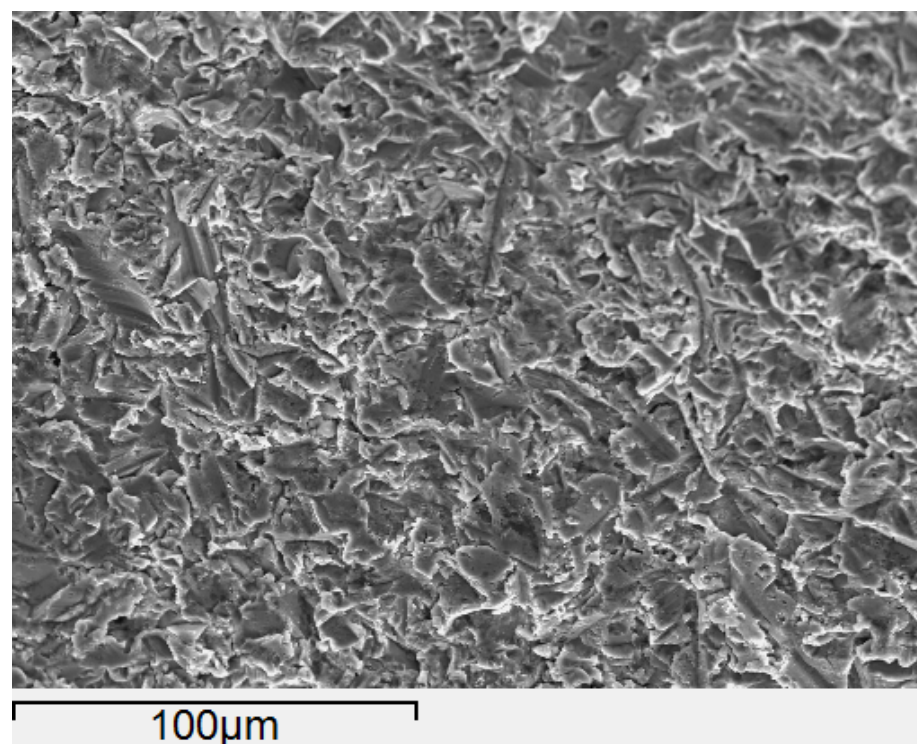


Figura 40: Imagen SEM de la muestra M13 IMPLANTE ESTERILIZADO. (REF. M504214 CP)





**Figura 41: Imagen SEM de una espira de la muestra M13 IMPLANTE ESTERILIZADO.  
(REF. M504214 CP)**

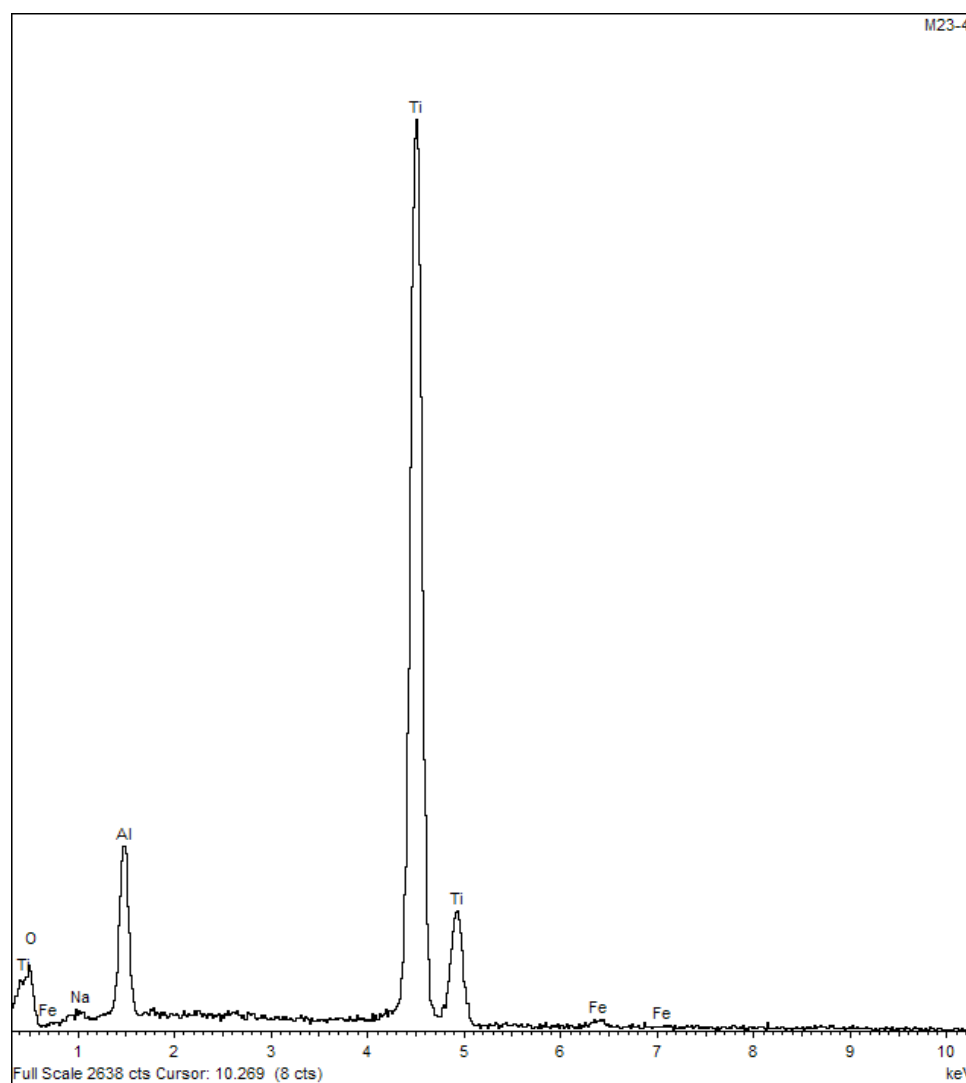


**Figura 42: Imagen SEM entre espiras de la muestra M13 IMPLANTE ESTERILIZADO.  
(REF. M504214 CP)**

A mayor resolución, a 500 aumentos, (fig. 41-42), también observamos la presencia de porosidad por el tratamiento con alúmina al igual que en la muestra anterior (M12).

En el **análisis composicional mediante Espectrometría de Dispersión de Energías de rayos X (EDS)** podemos observar (fig.43) la presencia de elementos químicos como la alúmina que ha quedado implantada en la superficie del implante, al igual que en la muestra M12.

Desde el punto de vista microestructural no se observan diferencias aparentes con la muestra anterior. Sin embargo, el EDS muestra la existencia de Na y Fe en la superficie del implante como consecuencia del tratamiento de esterilización.



**Figura 43: Microanálisis EDS de la muestra M13**

## M21 - Implante mecanizado y limpio, serie 2. (Ref. M3814)

El estudio de **caracterización microestructural- morfológica** mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), comienza con la observación a bajos aumentos (20 aumentos y posteriormente a 50 aumentos) al igual que en las muestras anteriores de la serie 1. Esto nos permite ver la homogenización de la superficie, medir con alta precisión la pieza y la ausencia de precipitados en la superficie del implante. (fig. 44-47).

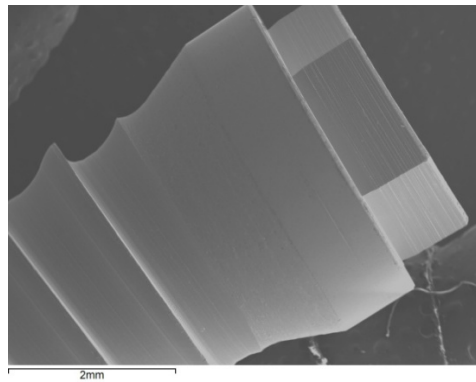


fig 44

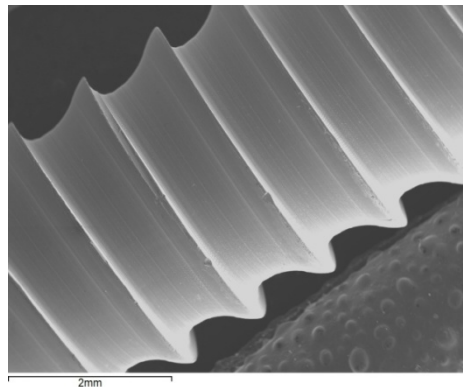


fig 45

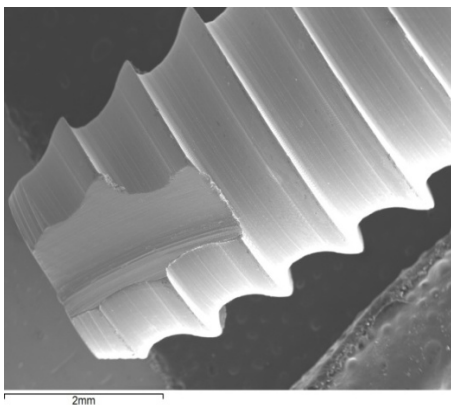


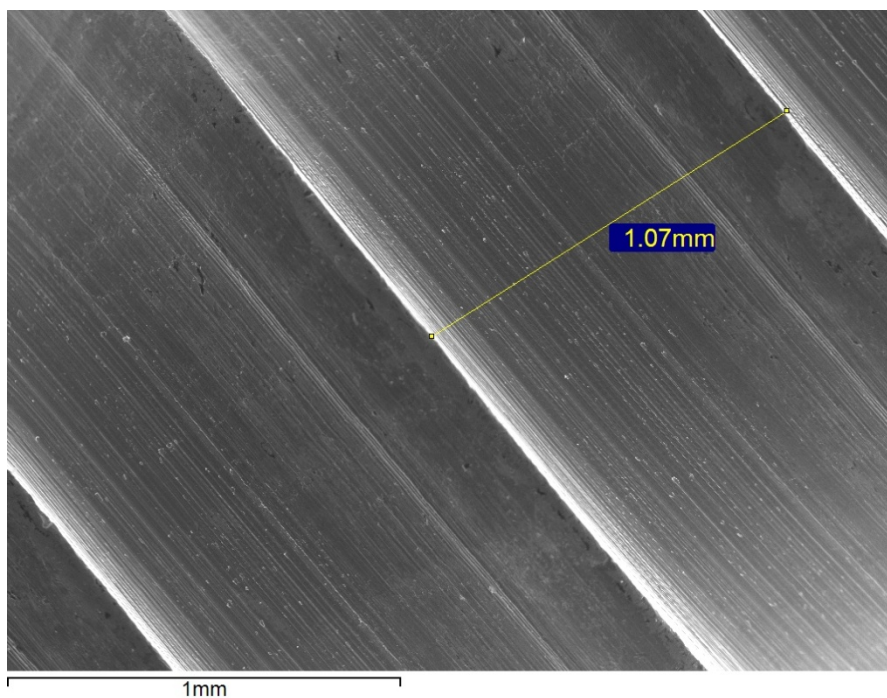
fig 46

**Figura 44:** Imagen SEM de la cabeza de la muestra M21 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO. (REF. M3814)

**Figura 45:** Imagen SEM del centro de la muestra M21 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO. (REF. M3814)

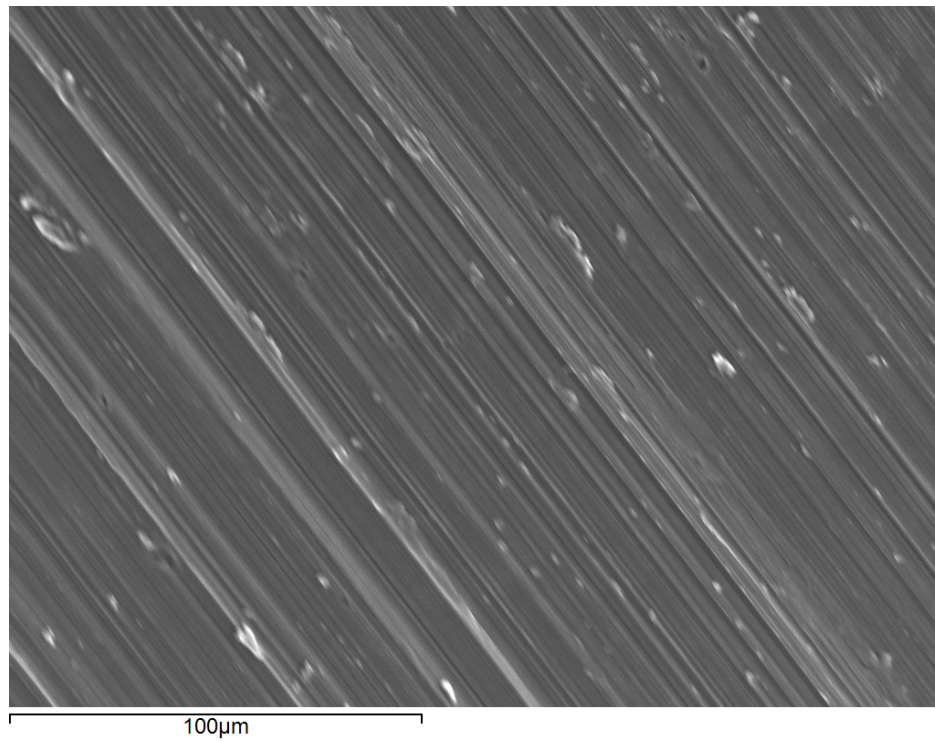
**Figura 46:** Imagen SEM del ápice de la muestra M21 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO. (REF. M3814)

En este material no se observa grandes diferencias con respecto a la serie 1, aunque se puede medir un grosor de filete algo mayor, aproximadamente 1,07 micras

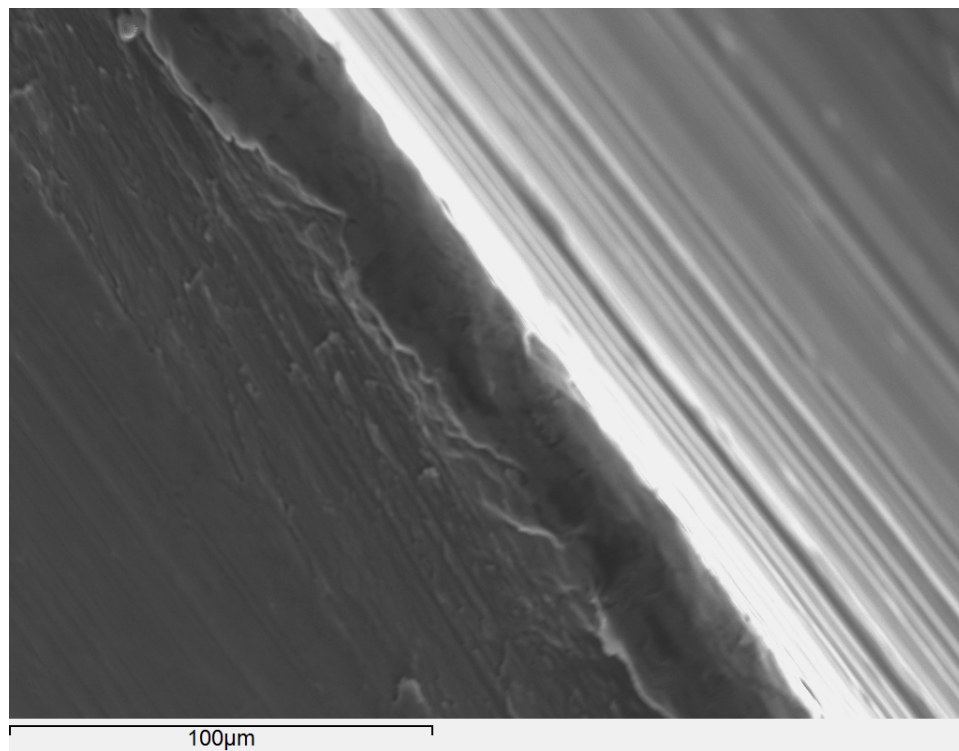


**Figura 47** Imagen SEM de la muestra M21 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO. (REF. M3814)





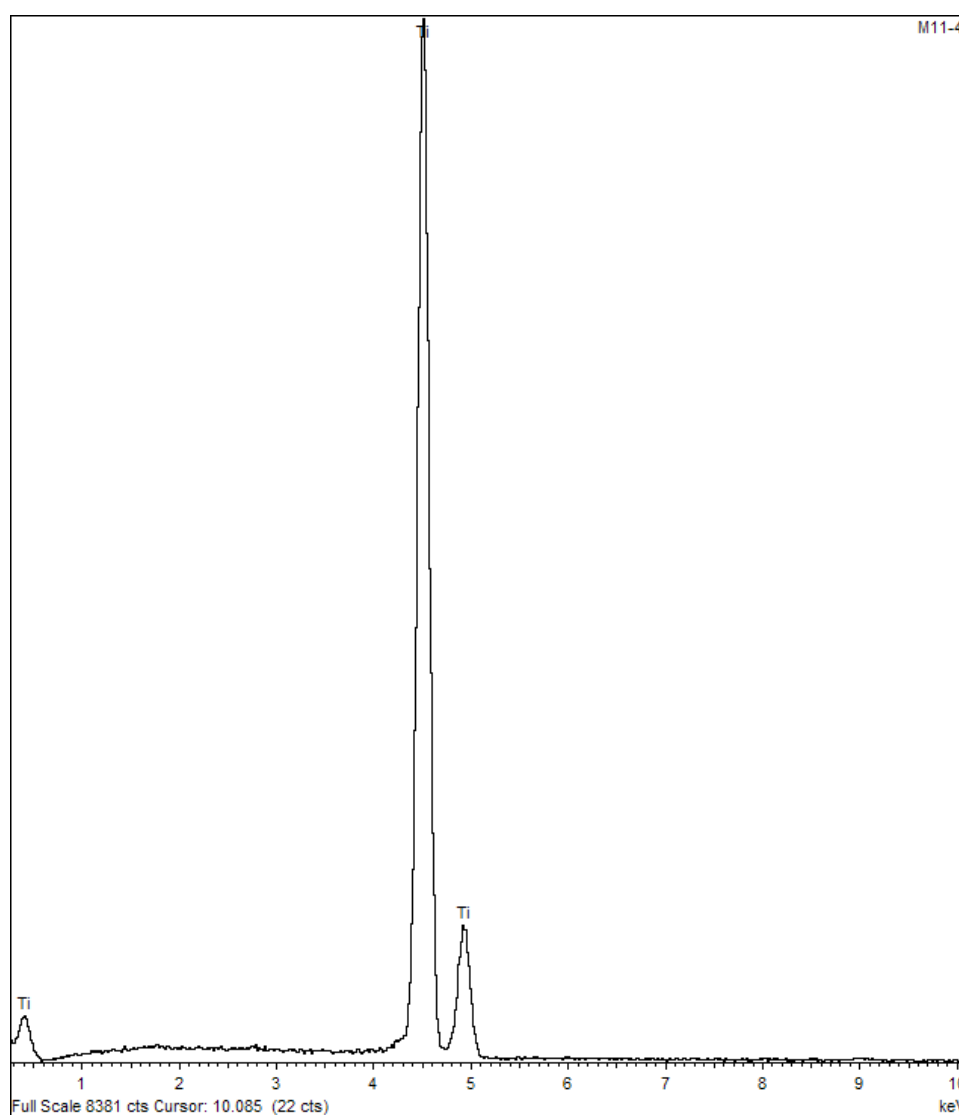
**Figura 48: Imagen SEM entre espiras de la muestra M21 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO (REF M3814)**



**Figura 49: Imagen SEM de una espira de la muestra M21 IMPLANTE MECANIZADO Y LIMPIO (REF 3814)**

En las imágenes, a una resolución de 500 aumentos, (figuras 48 y 49) observamos las líneas direccionadas del mecanizado, así como los defectos creados y distribuidos al azar a lo largo de la superficie del implante al igual que en la muestra M11. No se observan de igual forma grandes irregularidades.

Los resultados del **análisis composicional mediante Espectrometría de Dispersión de Energías de rayos X (EDS)** de la muestra M21 (figura 50) muestran una situación equivalente a la muestra M11, observándose las líneas de emisión del Ti y confirman la inexistencia de ningún elemento contaminante.



**Figura 50: Microanálisis EDS de la muestra M21.**

## M22 - Implante tratado con alúmina, serie 2. (Ref. M3814)

De la misma forma que en la muestra anterior, realizamos el estudio de **caracterización microestructural- morfológica** mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) de la muestra M22 (20, 50 y 500 aumentos).

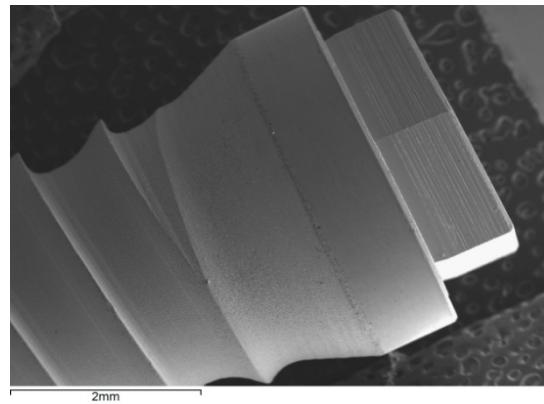


fig 51

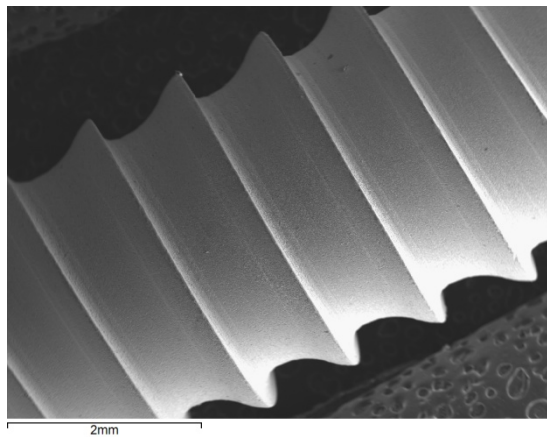


fig 52

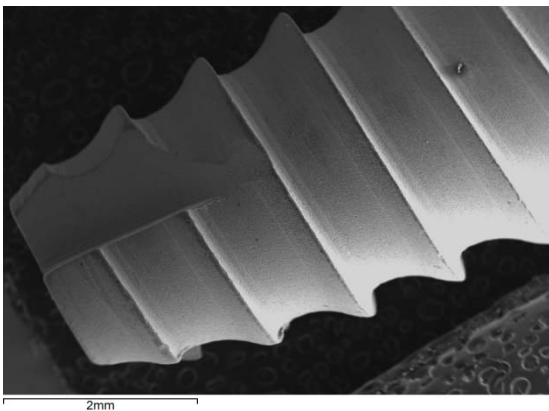
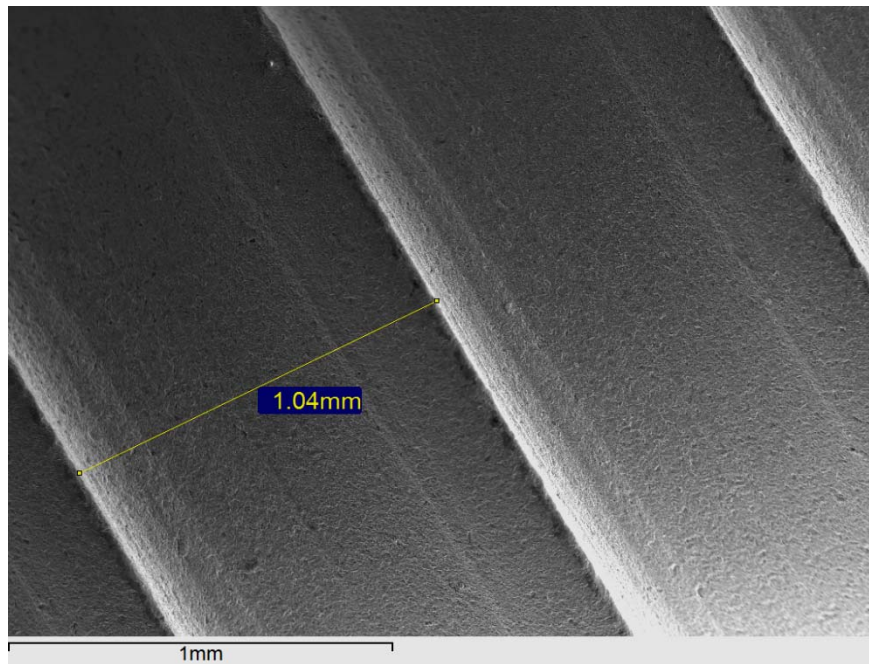


fig 53

**Figura 51: Imagen SEM de la cabeza de la muestra M22 IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA (REF. M3814)**

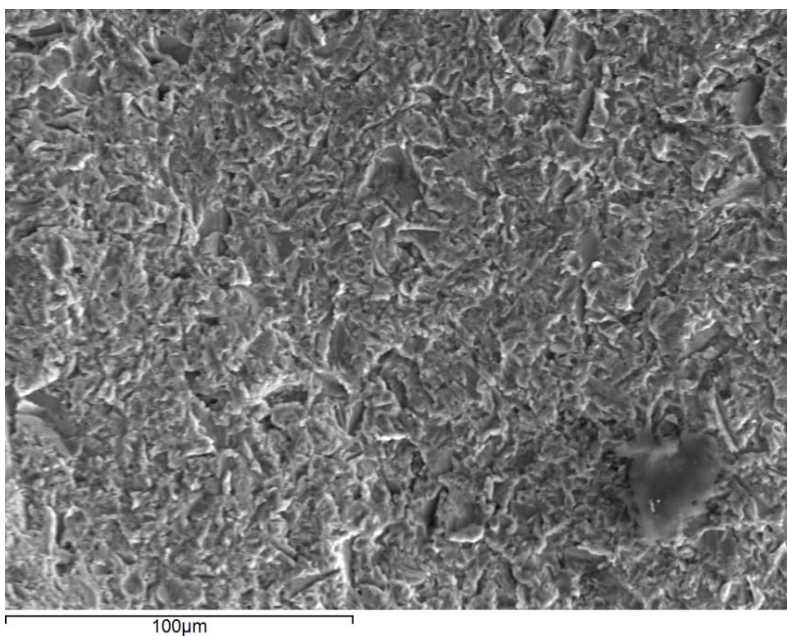
**Figura 52: Imagen SEM del centro de la muestra M22 IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA ( REF. M 3814)**

**Figura 53: Imagen SEM del ápice de la muestra M22 IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA (REF. M 3814)**



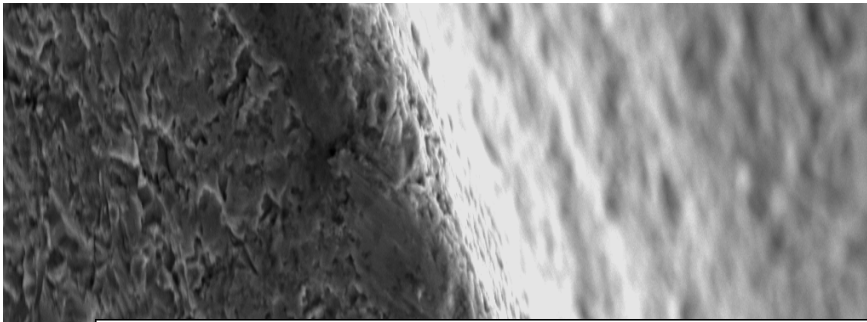
**Figura 54: Imagen SEM de la muestra M22 IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA.  
(REF. M3814)**

En las micrografías a 50 aumentos (fig. 54) empezamos a valorar las rugosidades producidas por el tratamiento de la superficie con óxido de aluminio, aunque esto es claramente más notable a mayores aumentos (fig 55 y 56), fenómenos similares a la serie 1 tratada con óxido de aluminio.

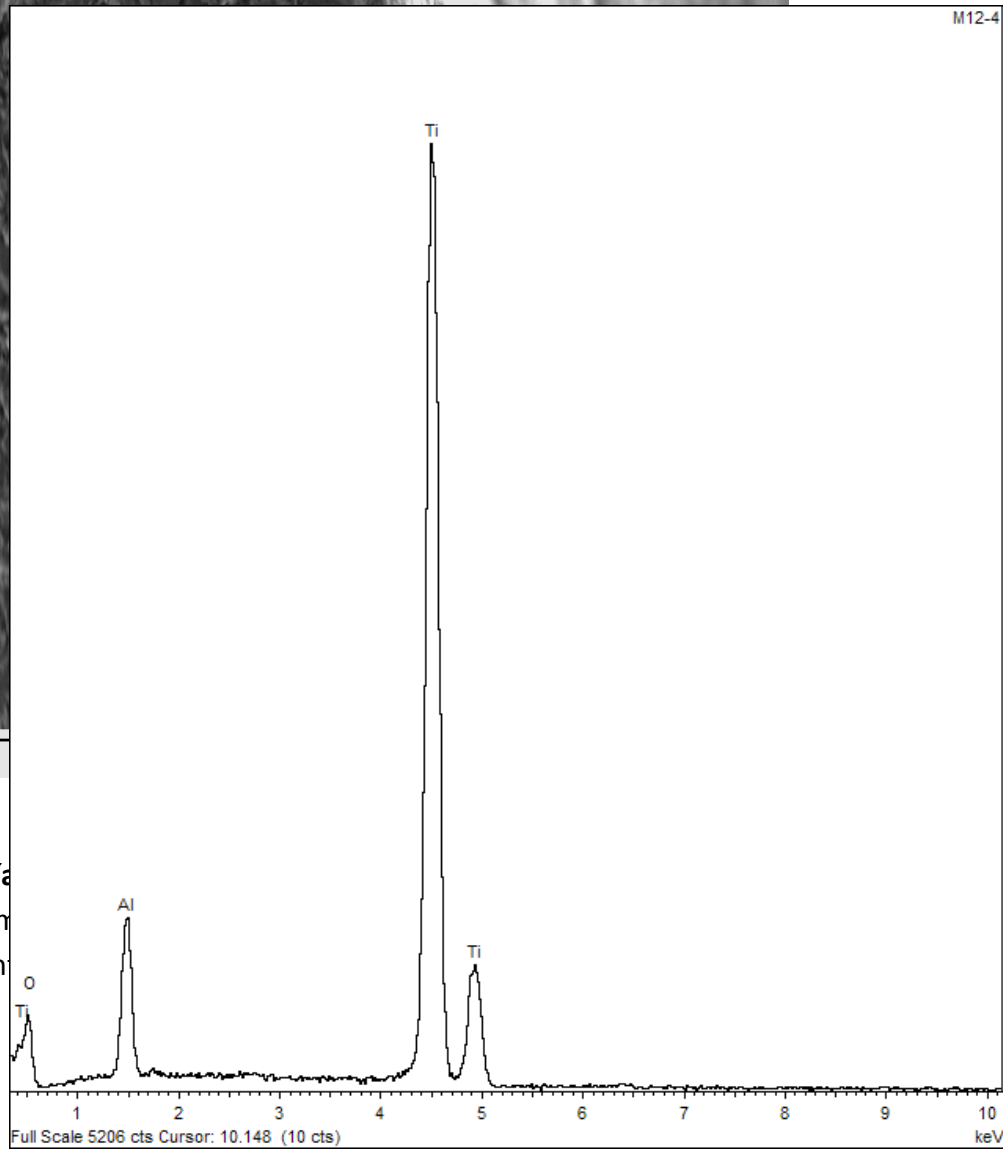


**Figura 55: Imagen SEM ente espiras de la muestra M22 IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA. (REF. M3814)**

**Figura 56: Imagen SEM de una espira de la muestra M22 IMPLANTE TRATADO CON ALÚMINA. (REF. M3814)**



En los  
Energía  
en la m  
implan



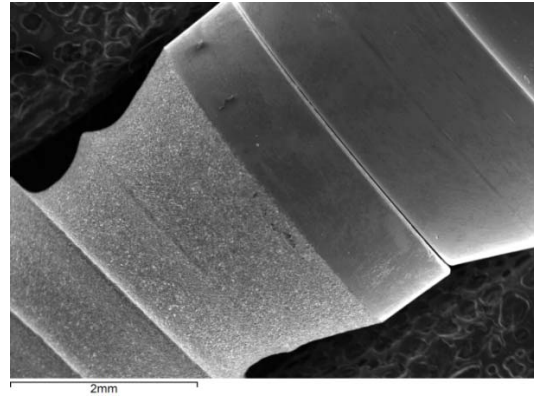
ión de  
ual que  
lúmina

Figura 57: Microanálisis EDS de la muestra M22

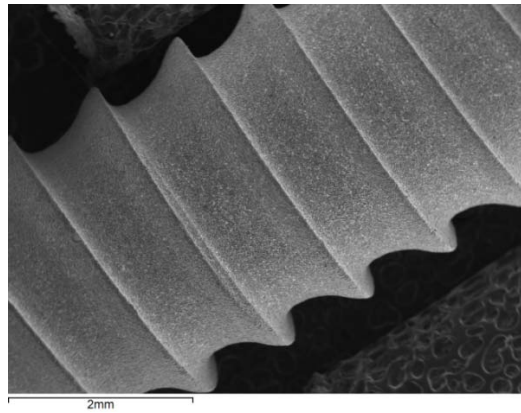
### **M23 - Implante esterilizado, serie 2. (Ref. M3814)**

El estudio de **caracterización microestructural- morfológica** mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), (20 aumentos 50 aumentos) nos vuelve a mostrar la misma homogeneidad de la superficie que en los implantes esterilizados de la serie anterior.

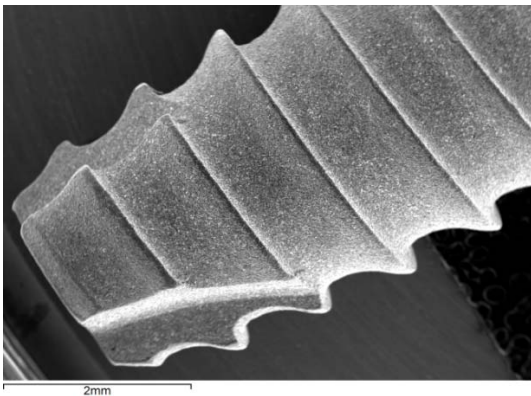




**fig 58**



**fig 59**



**fig 60**

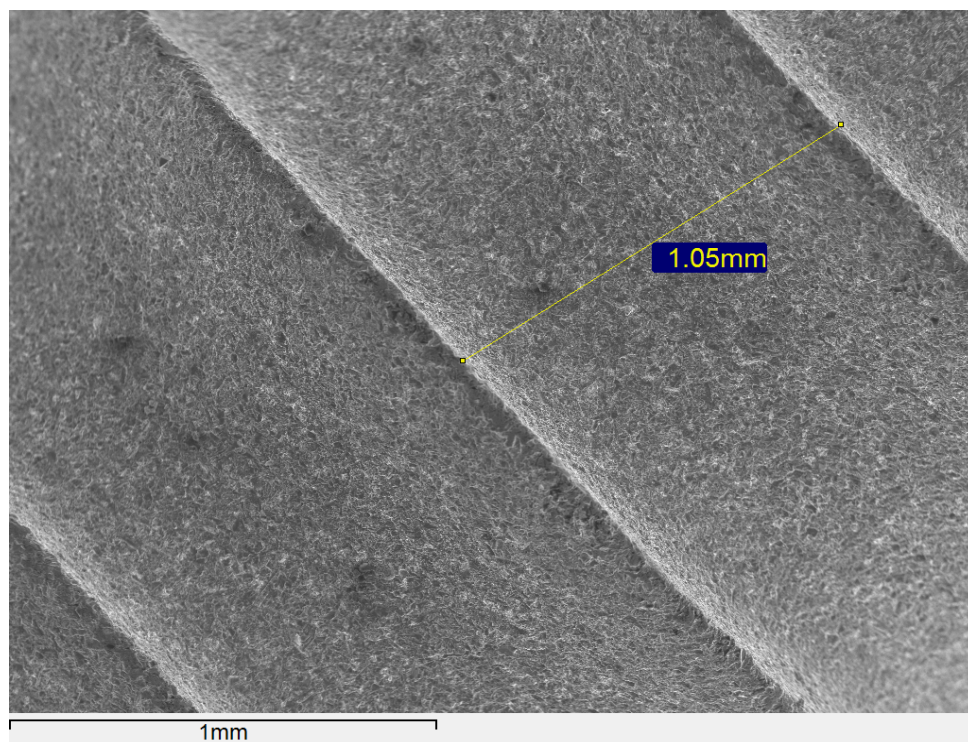
**Figura 58: Imagen SEM de la cabeza de la muestra M23 IMPLANTE ESTERILIZADO.  
(REF. M 3814)**

**Figura 59: Imagen SEM del centro de la muestra M23 IMPLANTE ESTERILIZADO.  
(REF. M 3814)**

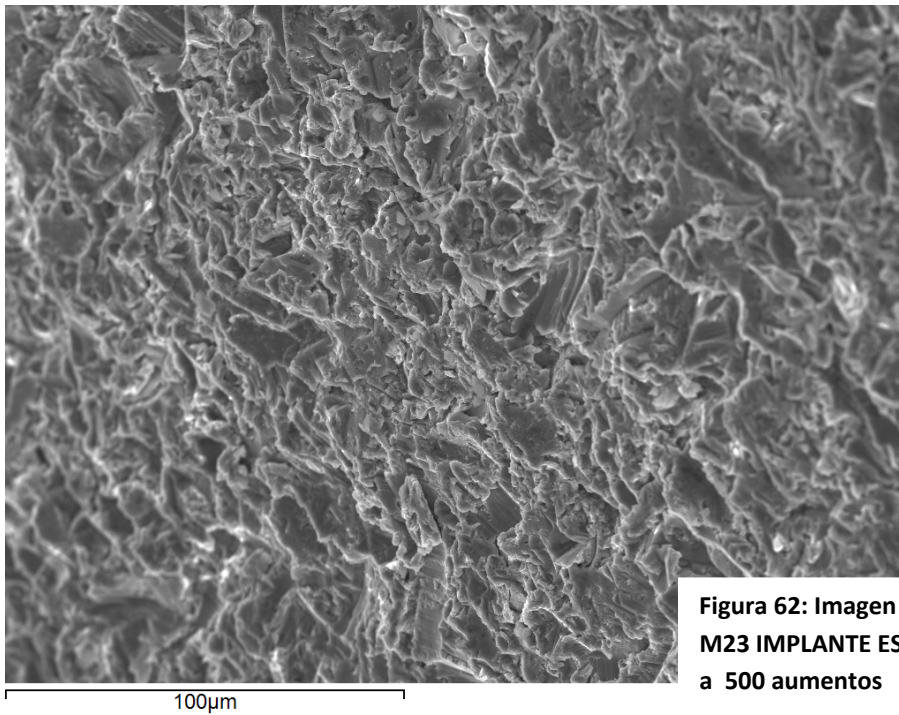
**Figura 60: Imagen SEM del ápice de la muestra M23 IMPLANTE ESTERILIZADO.  
(REF. M 3814)**



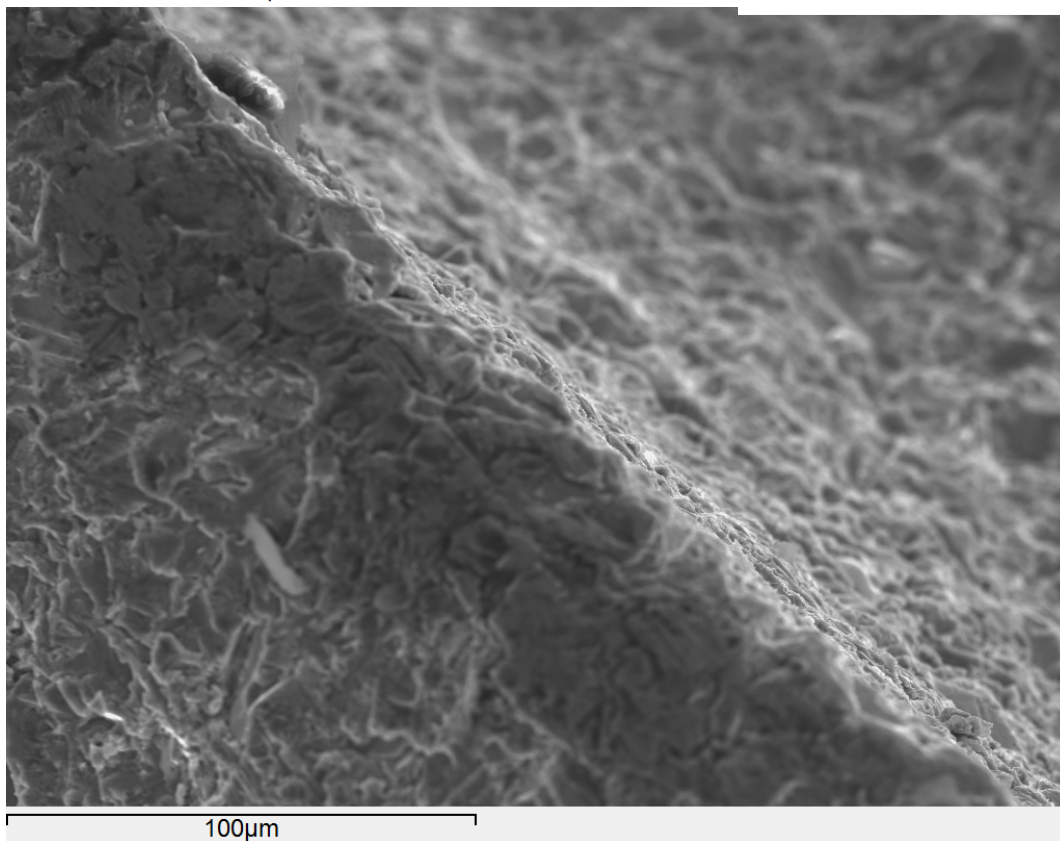
A mayor resoluciones, 50 aumentos y 500 aumentos (fig. 61-63), ocurre el mismo fenómeno de la serie 1 esterilizada, es decir presencia de gran porosidad debido al tratamiento de superficie realizado con óxido de aluminio.



**Figura 61: Imagen SEM de la muestra M23 IMPLANTE ESTERILIZADO. (REF. M3814)**



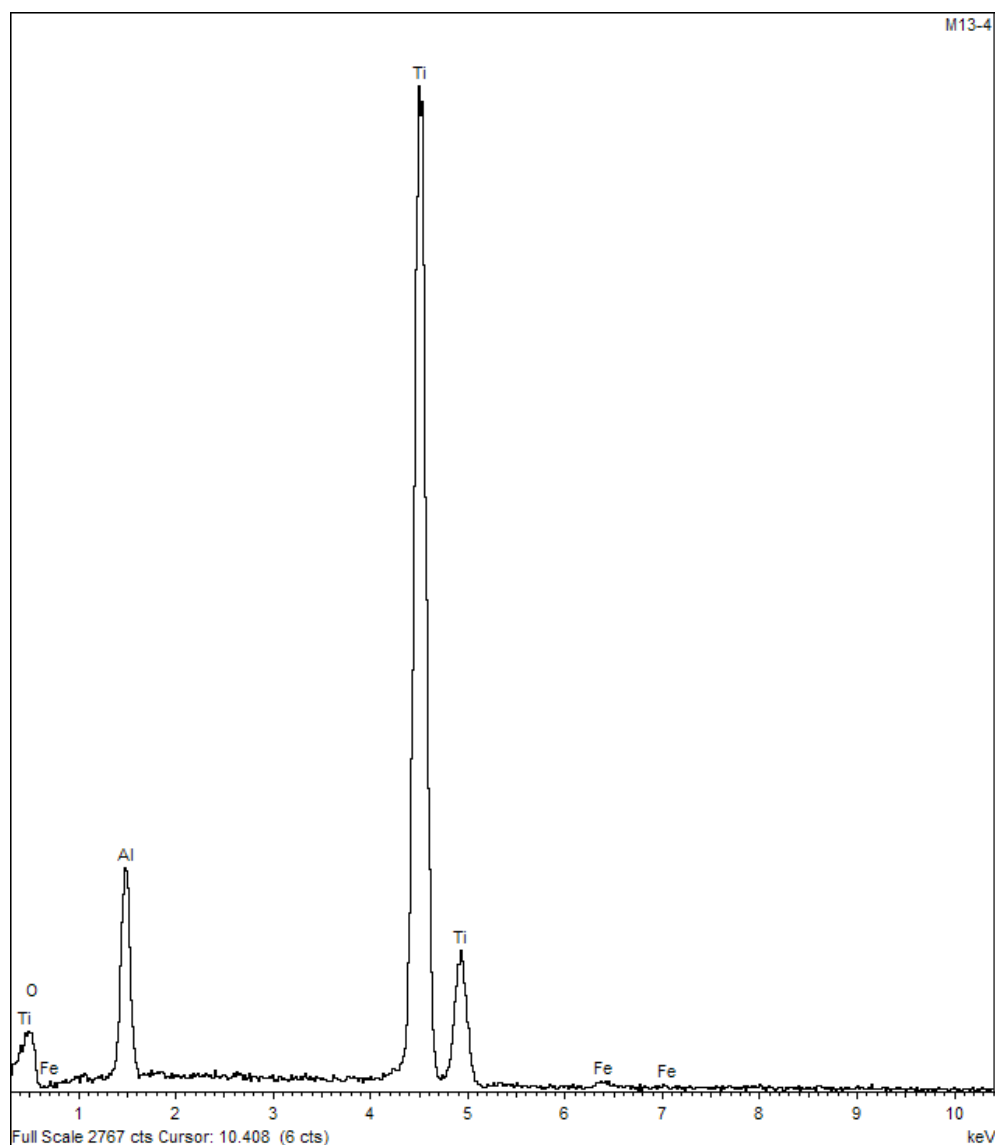
**Figura 62: Imagen SEM entre espiras de la muestra M23 IMPLANTE ESTERILIZADO (REF. M3814) a 500 aumentos**



**Figura 63: Imagen SEM de una espira de la muestra M23 IMPLANTE ESTERILIZADO (REF. M3814)**

En el **análisis composicional mediante Espectrometría de Dispersión de Energías de rayos X (EDS)** podemos observar (fig.64) la presencia de alúmina, que ha quedado implantada, al igual que en las muestras anteriores M12, M13 y M22.

El EDS muestra además la existencia de Fe en la superficie del implante como consecuencia, posiblemente del tratamiento de esterilización al igual que en la muestra M13, sin embargo en este caso no observamos Na.



**Figura 64: Microanálisis EDS de la muestra M23.**

## B-DISCUSIÓN

La **discusión** de nuestro estudio, se ciñe a nuestros resultados por no existir literatura o investigaciones similares a la nuestra; debido a que nuestra investigación se centra en las posibles alteraciones composicionales y estructurales en la superficie de los procesos de elaboración de los implantes *Microdent*.

En el ámbito biomédico, merece especial atención la superficie del material más usado: el titanio. El éxito del titanio como biomaterial se debe no solo a sus convenientes propiedades mecánicas, sino también a su afinidad por formar en la superficie una fina capa de óxido, 100 veces más delgada que un cabello humano. Cuando el titanio se expone a una atmósfera oxidante, es decir, en presencia de oxígeno reactivo, instantáneamente se forma una película superficial de óxido que le protege o pasiva. Esta superficie es la que entra en contacto con el medio biológico y, por tanto, es la principal responsable de la aptitud del titanio para aplicaciones biomédicas. En definitiva, la biocompatibilidad inicial del titanio se debe exclusivamente a las propiedades de la película de óxido de titanio superficial y no al metal titanio puro.

Además de las propiedades generales del titanio, se busca una adhesión celular específica de las células osteogeneradoras. Es por ello que las características superficiales, geométricas y fisicoquímicas de los implantes de titanio cobran una especial importancia (37-39).

En los procesos de elaboración y mecanizado de los implantes de titanio podría existir alteraciones en la ultraestructura y contaminaciones en la superficie que generaría fracasos clínicos sin filiar.

Los datos de difracción de rayos X ponen de manifiesto que la fase principal de los implantes *Microdent* estudiados es Ti. La microestructura media de todos ellos se corresponde con un material bien cristalizado, aunque en casos particulares que detallaremos a continuación se pueden observar ciertas alteraciones, como consecuencia de los tratamientos mecánicos, así como la existencia de impurezas, fundamentalmente alúmina incrustada superficialmente, o incluso la formación de óxido de titanio.

A partir de estos datos, se confirma la necesidad de complementar el estudio con una caracterización microestructural más detallada mediante Microscopia Electrónica de Barrido que hemos realizado.

En la muestra de la barra A (**Muestra T5: Titanio grado IV. Diámetro 5 mm. Ref. 05P0086**) encontramos la existencia de algunos máximos de difracción que podían indicar la presencia de fases secundarias. Como hemos dicho con anterioridad, la presencia de estas fases (o impurezas) podrían dar lugar a alteraciones en las propiedades físicas y químicas de los implantes de titanio que estamos estudiando.

Con objeto de estudiar con más detalle la zona de difracción donde se detectaron las posibles impurezas, se realizó un análisis más detallado. En él, se clarificó que estos máximos de difracción no se trataban de ruido electrónico si no efectivamente de una fase

secundaria minoritaria que necesitaría ser identificada por Espectrómetro de Dispersión de Energías de rayos X (EDS).

Comparándolo con la ficha del patrón estándar corroboramos que existe un buen ajuste entre nuestra muestra y el titanio de referencia y afirmamos que el material empleado en la muestra T5 es efectivamente titanio.

En el diagrama de difracción de la muestra de la barra B (**Muestra T6: Titanio grado IV. Diámetro 6 mm. Ref. 0M12474**), se observa una mayor cristalinidad que en la barra A y por el contrario no encontramos fases secundarias. Estos hechos nos hacen pensar que a pesar de ser titanio puro ambas barras, el proceso de elaboración de ellas es diferente puesto que provienen de series distintas, elaboradas en diferentes fechas.

En los resultados del difractograma correspondiente a la muestra M11 (**Implante mecanizado y limpio. Serie 1. Ref. M504214**) observamos la presencia de una línea base de mayor intensidad que en las muestras de la barra A y la barra B, que podría indicar una menor cristalinidad del material. Por el contrario, no se observan fases secundarias y comprobamos que todos los máximos de difracción se indexan de acuerdo con el patrón estándar del titanio de referencia afirmándonos que el material que estudiamos es titanio. Estas diferencias con las barras corroborarían que a pesar de ser la misma marca, el origen inicial del titanio es diferente no solo entre las barras sino también con esta serie.

En el difractograma de la muestra M12 (**Implante tratado con alúmina. Serie 1. Ref. M504214**) observamos pequeñas fases secundarias o impurezas de alúmina que hayan podido quedar implantadas debido al tratamiento de superficie con bombardeo de óxido de aluminio. Estas partículas pueden convertirse en contaminantes e interferir en los resultados clínicos del implante.

En el difractograma de la muestra M21, (**Implante mecanizado y limpio. Serie 2. Ref. M3814**) la línea base es de mayor grosor que en la muestra M11. Este dato indica menor cristalinidad y por ello menor resistencia a la fractura.

Al observar que existe un buen ajuste entre el material estándar y el estudiado, podemos verificar que el tratamiento mecánico del mecanizado no da lugar a importantes modificaciones o alteraciones en el material de partida.

La línea base de la muestra M22, (**Implante tratado con alúmina. Serie 2. Ref. M3814**) es de mayor grosor que la serie 1 (M12) indicando menor cristalinidad. Este hecho corrobora lo visto en el mecanizado inicial de este implante, es decir menor resistencia a la fractura. Al igual que en la serie 1, el implante M22 contiene impurezas de partículas de óxido de aluminio que han quedado incrustadas en la superficie del implante.

La caracterización microestructural- morfológica (SEM) de las barras, a bajos y altos aumentos, nos presenta una microestructura homogénea, ausencia de poros y precipitados; y una solución de continuidad sin fases secundarias.

El análisis composicional mediante Espectómetro de Dispersión de Energía de rayos X, (EDS) confirma que no existen diferencias entre ambas barras y que el material estudiado es Ti puro.

En el análisis microestructural – morfológico (SEM) de los implantes de la serie 1 y de la serie 2 no observamos grandes diferencias en los dos procesos de elaboración; M11 y M21, M12 y M22. Los implantes mecanizados y limpios de ambas series muestran una superficie lisa con una microestructura homogénea, y en los tratados con alúmina se observan en ambas series microrugosidades en la superficie distribuidas al azar debido al tratamiento de granallado favoreciendo la oseointegración. En ambas series (M12 y M22) se reflejan las líneas de emisión de alúmina y oxígeno en el análisis composicional mediante Espectometría de Dispersión de Energías de rayos X (EDS) Sin embargo, en el proceso de esterilización de ambas series, sí existen diferencias encontrando Na y Fe en M13 y únicamente Fe en M23.

El estudio de caracterización de los procesos de elaboración- mecanizado de los implantes Microdent, pone de manifiesto algunas alteraciones en la composición y en la microestructura con las herramientas que hemos utilizado. Esto hace que sea necesario profundizar en verificar cualitativamente y cuantitativamente mediante Microscopía Electrónica de Transmisión y ultraestructura estos defectos.

## 5. CONCLUSIONES

- 1- La Difracción de rayos X de las barras muestra que están compuestas por titanio comercialmente puro. La barra A presenta fases secundarias o impurezas no detectables en la barra B. La cristalinidad es más baja en la barra B que en la barra A. Estos hechos ponen de manifiesto que el origen de las barras es diferente.
- 2- La Difracción de rayos X en las series 1 y 2 de implantes verifica que están compuestos por titanio puro. En los implantes mecanizados y limpios de ambas series no encontramos fases secundarias. Por el contrario, en los implantes tratados con  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , encontramos alúmina implantada. La cristalinidad es menor en los implantes tratados con alúmina que en los mecanizados y limpios.
- 3- La Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) de las barras presenta una estructura homogénea, al igual que en los implantes mecanizados y limpios. En los implantes tratados con alúmina y los esterilizados, muestra rugosidades, huecos y fisuras no homogéneas y ausencia de direccionalidad de los cristales del material.
- 4- El análisis composicional mediante Espectrometría de Dispersión de Energías de rayos X (EDS) verifica: la composición de todas las superficies es Ti, presencia de alúmina en los implantes granallados; y presencia de Na y Fe en el implante M13 esterilizado y Fe en el M23. Estas impurezas podrían afectar a los resultados clínicos de los implantes.
- 5- En la elaboración-mecanizado, tratamiento de superficie y esterilización de los implantes, hemos observado alteraciones de la cristalinidad y composicionales. Estos hechos hacen que tengamos que profundizar en estudios con Microscopía Electrónica de Transmisión y ultraestructura.

## 6. BIBLIOGRAFIA

1. Bell T., Bergmann H.W., Lanagan J. Surface engineering of titanium with nitrogen. *Surface Engineering* . 2, pp. 133-143 (1986)
2. Blanchard J.P., Chen A., Bogin Q. The relationship between depth profiles of nitrogen concentrations, hardness, and wear rate in ion-implanted Ti6Al4V, *Nuclear Instruments and methods in Physics Research*, 82, pp.63-68 (1993)
3. C.Aparicio, A. Padrós F. J. Gil CREB. Dept. C. Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Influencia del tratamiento superficial en implantes de titanio para su oseointegración, mediante pruebas mecánicas e histológicas. *Gaceta dental*. Mayo 2010.
4. Libro Blanco de Implantología. Sociedad Española de Implantes. Madrid, 2008.
5. Brånemark PI, Hansson BO, Adell R, Breine U, Lindström J, Hallén O, Ohman A. Osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. *Scand J Plast Reconstr Surg Suppl*. 1977;16:1-132.
6. J. Lausmaa, B. Kasemo, U. Rolander, L.M. Bjursten, L.E. Ericson, L. Rosander. *Surface Characterization of Biomaterials*. Amsterdam, 1988, pp 161.
7. H.E. Placko, S. Mishra. *International Journal of Oral Maxillofacial Implants*, 15, 2000, pp.355-363.
8. Albrektsson T, Brånemark PI, Hansson HA, Lindström J. Osseointegrated titanium implants. Requirements for ensuring a long-lasting, direct bone-to-implant anchorage in man. *Acta Orthop Scand*. 1981; 52 (2): 155-70.
9. Albrektsson T; Zarb G; Worthington P, Eriksson AR. The long - term efficacy of currently used dental implants: a review and proposed criteria of success. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1986; 1 (1): 11-25.
10. Cano J, Martínez-González JM, Gonzalo JC, Cantero M, Barona C. Superficies de los implantes: estado actual. *Quintessence* 2004; 17 (5) : 301-8.
11. Todisco M, Trisi P. Histomorphometric evaluation of six dental implant surfaces after early loading in augmented human sinuses. *J. Oral Implantol* 2006; 32 (4): 153-66.
12. C.Oviedo, J.Y. Turanza. Caracterización superficial de implantes dentales de Ti mediante las técnicas de XPS y SEM. *Jornadas SAM-CONAMET-AAS* 2001.
13. Kasemo B, Gold J. Implant surfaces and interface processes. *Adv Dent Res* 1999; 13: 8-20.
14. Anitua E. Un enfoque biológico a la Implantología. *P.ywrtw* 109 Vitoria 2008.
15. De Leonardis D, Gorg AK, Pearce GE. Osseointegration of rough acid-etched titanium implants: % year follow up of 100 minimax implants. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2005; 20: 387-98.
16. Buser D, Sennerby L, Steinemann S. Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature pigs. *J Biomed Mater Res* 1991; 25: 889-902.



17. Han CH, Johansson CB, Wennerberg A, Albrektsson T. Quantitative and qualitative investigations of surface enlarged titanium and titanium alloys implants. *Clin Oral Implants Res* 1988; 9:1-10.
18. Cochran D, Oates T, Morton D, Jones D, Buser D, Peters F. Clinical field trial examining an implant with a sand-blasted, acid-etched surface. *J. Periodontol* 2007; 78; 974-82.
19. Rocuzzo M, Bunino M, Prioglio F, Bianchi SD. Early loading of sandblasted and acid-etched (SLA) implants: a prospective split-mouth comparative study. One year results. *Clin Oral Impl Res* 2001; 12:572-8.
20. Zöllner A, Ganeles J, Korostoff J, Guerra F, Krafft T, Brägger U. Immediate and early non-occlusal loading of Straumann implants with chemically modified surface (SLActive) in the posterior mandible and maxilla: interim results from a prospective multicenter randomized-controlled study. *Clin Oral Impl Res* 2008; 19: 442-50.
21. Ganeles J, Zöllner A, Jackowski J, Bruggenkate C, Beagle J, Guerra F. Immediate and early loading of Straumann implants with a chemically modified surface (SLActive) in the posterior mandible and maxilla: 1-year results from a prospective multicenter study. *Clin Oral Impl Res* 2008; 19: 1119-28.
22. Marinho V, Celletti R, Bracchetti G, Petrone G, Minkin C, Piatelli A. Sandblasted and acid-etched dental implants: a histologic study in rats. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2003; 18: 75-81.
23. London R, Roberts FA, Baker DA, Rohrer M, O'Neal RB. Histologic comparison of a thermal dual-etched implant surface to machined, TPS, and HA surfaces: bone contact in vivo in rabbits. *Int J Maxillofac Implants* 2002; 17: 369-76.
24. Juodzbals G, Sapragoniene M, Wennerberg A, Baltrukonis T. Titanium dental implant surface micromorphology optimization. *J Oral Implantol* 2007; 23(4): 177-85.
25. Ogawa T, Ozawa S, Shih JH, Ryu KH, Sukotjo C, Yang JM, Nishimura I. Biomechanical evaluation of osseous implants having different surface topographies in rats. *J Dent Res* 2000; 79 (11) : 1857-63.
26. Martínez - González JM, García – Sabán F, Ferrándiz – Bernal J, Gonzalo – Lafuente JC, Cano – Sánchez J, Barona – Dorado C. Torque de inserción y propiedades físico-químicas de implantes dentales grabados con ácidos fluorhídrico y nítrico. Estudio experimental en perros Beagle. *Med Oral patol Oral Cir Bucal* 2006; 11: 186-90.
27. Rodríguez – Rius D, García – Sabán FJ. Caracterización físico – química de la superficie de 9 implantes dentales con 3 distintos tratamientos de superficie. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2005; 10: 58-65.
28. Isa ZM, Schneider G, Zaharias R, Seabold D, Stanford C. Effects of fluoride modified titanium surfaces on osteoblast proliferation and gene expression. *Int J Oral maxillofac Implants* 2006; 21: 203-11.
29. Orsini G, Bartolomeo A, Scarano A, Piatelli M, Piatelli A. Surface analysis of machined versus sandblasted and acid-etched titanium implants. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2000; 15: 779-784.

30. Protivinsky J, Appleford M, Stmad J, Helebrant A, Ong J. Effect of chemically modified titanium surfaces on protein adsorption and osteoblast precursor cell behaviour. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2007; 22: 542-50.
31. Sciephake H, Aref A, Scharnweber D, Bierbaum S, Sewing A. Effect of modifications of dual acid etched implant surfaces on peri-implant bone formation. Part I: organic coatings. *Clin Oral Implants Res* 2009; 20 (1) : 31- 7.
32. Roy M, Bandyopadhyay A, Bose S. Induction Plasma Sprayed Nano Hydroxyapatite Coatings on Titanium for Orthopaedic and Dental Implants. *Surf Coat Technol.* 2011 Jan 25;205(8-9):2785-2792.
33. Zavgorodniy AV, Borrero-López O, Hoffman M, Legeros RZ, Rohanizadeh R. Mechanical stability of two-step chemically deposited hydroxyapatite coating on Ti substrate: Effects of various surface pretreatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2011 Jun 28. doi: 10.1002/jbm.b.31872.
34. Baker MI, Eberhardt AW, Martin DM, McGwin G, Lemons JE. Bone properties surrounding hydroxyapatite-coated custom osseous integrated dental implants. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010 Oct;95(1):218-24.
35. Kim SG, Hahn BD, Park DS, Lee YC, Choi EJ, Chae WS, Baek DH, Choi JY Aerosol Deposition of Hydroxyapatite and 4-Hexylresorcinol Coatings on Titanium Alloys for Dental Implants. *J Oral Maxillofac Surg.* 2011 Aug 6.
36. Yang GL, He FM, Song E, Hu JA, Wang XX, Zhao SF. In vivo comparison of bone formation on titanium implant surfaces coated with biomimetically deposited calcium phosphate or electrochemically deposited Hydroxyapatite. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2010 Jul-Aug;25(4):669-80.
37. Paul Whiteside, Endzhe Matykina, Julie E. Gough, Peter Skeldon, George E. Thompson. In vitro evaluation of cell proliferation and collagen synthesis on titanium following plasma electrolytic oxidation., *Journal of Biomedical Materials Research*, part A, 38-46, 2010.
38. Y. Zhang, E. Matykina, P. Skeldon, G. E. Thompson. Calcium and titanium release in simulated body fluid from plasma electrolytically oxidized titanium. *J. Mater Sci: Mater Med.* 2009.
39. E. Matykina, P. Skeldon and G. E. Thompson<sup>1</sup>. Fundamental and practical evaluation of plasma electrolytic oxidation coatings of titanium, *Surface Engineering* 2007, vol 23, no 6.